

**UNIVERSIDADE FEDERAL DO PARANÁ**

**GUSTAVO BAVARESCO SUCHARSKI**

**ESTUDO DA EROSÃO POR CAVITAÇÃO SOBRE DIFERENTES MORFOLOGIAS  
DE REVESTIMENTOS DE FeMnCrSiB APLICADOS POR ASPERSÃO TÉRMICA  
CHAMA FS E HVOF COM TRATAMENTO DE SHOT PEENING**

**CURITIBA**

**2016**

**GUSTAVO BAVARESCO SUCHARSKI**

**ESTUDO DA EROSÃO POR CAVITAÇÃO SOBRE DIFERENTES MORFOLOGIAS  
DE REVESTIMENTOS DE FeMnCrSiB APLICADOS POR ASPERSÃO TÉRMICA  
CHAMA FS E HVOF COM TRATAMENTO DE SHOT PEENING**

Tese apresentada como requisito parcial à obtenção do grau de Doutor em Engenharia Mecânica, área de concentração Manufatura, no programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica, Setor de Tecnologia da Universidade Federal do Paraná.

Orientador: Prof. Dr. Ramón Sigifredo Cortés Paredes

**CURITIBA**

**2016**

---

S942e

Sucharski, Gustavo Bavaresco

Estudo da erosão por cavitação sobre diferentes morfologias de revestimentos de FeMnCrSiB aplicados por aspersão térmica chama FS e HVOF com tratamento de shot peening / Gustavo Bavaresco Sucharski. – Curitiba, 2016.

146 f ; il. color : 30 cm.

Tese - Universidade Federal do Paraná, Setor de Tecnologia, Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica, 2016.

Orientador: Ramón Sigifredo Cortés Paredes

Bibliografia: p. 103-107.

1. Revestimentos. 2. Revestimentos – Processos. 3. Erosão por cavitação.  
I. Universidade Federal do Paraná. II. Paredes, Ramón Sigifredo Cortés. III.  
Título.

CDD: 623.045

---




MINISTÉRIO DA EDUCAÇÃO  
UNIVERSIDADE FEDERAL DO PARANÁ  
PRÓ-REITORIA DE PESQUISA E PÓS-GRADUAÇÃO  
Setor TECNOLOGIA  
Programa de Pós Graduação em ENGENHARIA MECÂNICA  
Código CAPES: 40001016040P5

### TERMO DE APROVAÇÃO

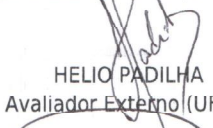
Os membros da Banca Examinadora designada pelo Colegiado do Programa de Pós-Graduação em ENGENHARIA MECÂNICA da Universidade Federal do Paraná foram convocados para realizar a arguição da Tese de Doutorado de **GUSTAVO BAVARESCO SUCHARSKI**, intitulada: "**ESTUDO DA EROSÃO POR CAVITAÇÃO SOBRE DIFERENTES MORFOLOGIAS DE REVESTIMENTOS DE FeMnCrSiB APLICADOS POR ASPERSÃO TÉRMICA CHAMA FS E HVOF COM TRATAMENTO DE SHOT PEENING**", após terem inquirido o aluno e realizado a avaliação do trabalho, são de parecer pela sua

*Aprovação*

Curitiba, 28 de Outubro de 2016.

  
RAMON SIGIFREDO CORTES PAREDES  
Presidente da Banca Examinadora (UFPR)

  
ANDERSON GERALDO MARENA PUKASIEWICZ  
Avaliador Externo (UTFPR)

  
HELIO PADILHA  
Avaliador Externo (UFPR)

  
PAULO VICTOR PRESTES MARCONDES  
Avaliador Interno (UFPR)

  
SIDNEI ANTONIO PIANARO  
Avaliador Externo (UEPG)



À minha amada companheira, Maritza A. Todo Bom.

Ao meu avô, Ovídio Antonio Bavaresco,  
*in memoriam.*

## AGRADECIMENTOS

À minha eterna amada e companheira Maritza A. Todo Bom, por ser a pessoa mais compreensiva que existe, por me motivar e apoiar em tudo desde sempre, em especial nesse período de trabalho de doutorado, onde abrir mão de alguns momentos de lazer foi frequente e necessário, por nunca me deixar em dúvida sobre nada da vida, por tornar fáceis as minhas escolhas, por compartilhar comigo sua presença, por fazer tudo valer a pena e por me fazer feliz.

Ao meu avô Ovídio Antonio Bavaresco, por mostrar a mim e a todos, com a sua própria história de vida, como a vida pode ser conduzida de forma plena, correta e justa, por ser exemplo para tudo, por me inspirar e motivar, por me ajudar sem mesmo eu pedir... *e como ajudou, o senhor nem sabe... não deu tempo de eu agradecer direito... espero que o senhor esteja orgulhoso!*

Aos meus pais, João Norberto Sucharski e Rebeca Bavaresco Sucharski, por me ensinarem tudo o que é preciso para conseguir andar com minhas “próprias pernas”, a construir o meu próprio caminho e me garantirem a segurança para segui-lo sem hesitar, por acreditarem em mim e serem meus grandes motivadores, por terem feito um bom trabalho comigo, tenho orgulho de ser seu filho.

Ao amigo e orientador Ramon S. C. Paredes, Prof. Dr., por me permitir crescer e me ajudar a me tornar um pesquisador, como ele também é, comprometido com o avanço da compreensão do que é básico, porém com a inquietação de desenvolver ousadas inovações. Por confiar a mim tantas responsabilidades no Laboratório de Aspersão Térmica e Soldagens Especiais (LABATS), o que me proporcionou tantas experiências de aprendizagem. E, além disso, por me ensinar bons valores da carreira acadêmica, sendo o maior exemplo de como um bom orientador deve ser.

Ao amigo Anderson G. M. Pukasiewicz, Prof. Dr., meu maior incentivador acadêmico, por mais que tenha sido informal, foi um grande coorientador, sempre vigilante sobre o meu tema, contribuindo com suas experiências e brilhantes ideias. E que também, ao longo desses 6 anos, me permitiu o privilegio da sua amizade.

Ao amigo Hélio Padilha, Prof. Dr., por nunca poupar esforços em disponibilizar seu tempo para algumas horas de trabalho pesado, regado a terere e a muitas risadas. E também por compartilhar seu conhecimento e capacidade genial de solucionar qualquer problema, seus ensinamentos serão levados comigo para sempre.

À amiga Irene B. de Araújo F. Siqueira, Eng., por ser tão disposta a ajudar, contribuindo com ideias e soluções práticas, facilitando todas as etapas em que se envolveu no meu trabalho, que foram muitas. Por ser uma grande amiga em tantos outros momentos, prestativa e sempre atenta.

Ao amigo Sergio Luiz Henke, Prof. Dr., por tantas consultorias do mais alto nível científico, sempre disposto a resolver qualquer problema, dos mais simples, como emprestar a chave de uma sala, aos mais complexos, como ajudar a entender a metalurgia de aços inoxidáveis. Por tantos bons conselhos e horas de conversas descontraídas, forradas de sinceras risadas.

Aos grandes parceiros Rodolpho F. Vaz, Me. Eng., Andre Chicoski, Eng., André R. Capra, Me. Eng., primeiramente por acreditarem no meu trabalho e permitirem que eu o desenvolvesse de forma quase autônoma, por fornecerem um ambiente de trabalho

confortável, repleto de oportunidades para aprender coisas novas, e aos dos Institutos Lactec, por me disponibilizar a bolsa de estudos nos 3 primeiros anos de doutorado.

À Prof<sup>a</sup>. Dr<sup>a</sup>. Ana Sofia Clímaco Monteiro D'Oliveira, do Laboratório de Eng. de Superfícies, por abrir as portas de seu laboratório e disponibilizar seus equipamentos, em destaque à microscopia confocal, tão fundamental na realização das análises desta tese.

Ao Prof. Dr. Irineu Mazzaro, do Laboratório de Óptica de Raios X e Instrumentação (LORXI), o laboratório mais democrático da UFPR, por ser tão receptivo e prestativo, disponibilizando o equipamento de DRX, me permitindo realizar tantas análises, muitas madrugadas adentro.

Ao Prof. Dr. Dalberto Dias da Costa, do Laboratório de Usinagem (LabUSI), por sempre me permitir usar suas máquinas de usinagem.

Aos parceiros Ângelo, Ney e Marquinhos, da Empresa Revesteel Metalização, por tantos favores prestados e tantos revestimentos aplicados, sempre com as portas abertas para que eu pudesse explorar os processos de aspersão térmica.

Aos amigos e colegas Leandro, Japa (Edson), Gaúcho (Cristiano), Duzão (Eduardo), Pedrão (Pedro), Lucão (Behene), Pauleti (Ederson), Leonardo, Igor, Jonathan (Saber), Rex (Guilherme), Rodrigo, Lucas Aguiar, Émillyn, Watena, Ana, Larisa, Wagner, Paulo, Nalu, Nikkel, Adriano, Suco (Guilherme), Fernando, Laercio, Fabiane, Katherine, Wesley, Zé (José), Derik, e outros que minha memória não permite lembrar, por tornarem o meu trabalho uma diversão, por tantos dias de descontração, por tantos cafés e tereres bem gelados, pela parceria em tantos churrascos e experiências gastronômicas de sucesso. Sem dúvida posso dizer que tive o privilégio de almoçar no RU com verdadeiros amigos, quase todos os dias.

Aos membros da banca, Prof. Dr. Sidnei A. Pianaro e Prof. Dr. Paulo V. P. Marcondes, pela atenta revisão e excelentes contribuições.

À Universidade Federal do Paraná (UFPR), por disponibilizar a infraestrutura capaz de suportar um programa de pós-graduação gratuito.

Ao Programa de Pós-graduação em Engenharia Mecânica (PGMEC), pela oportunidade de poder me formar em um ótimo curso de doutorado. E ao secretário Marcio Brandani Tenório, por realizar um excelente trabalho, muito melhor do que qualquer outro seria capaz, e ainda, por sempre estar de prontidão para responder todas as perguntas e resolver todos os problemas.

À Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES), por disponibilizar uma bolsa de doutorado durante o último ano de doutorado.

## RESUMO

Revestimentos obtidos por aspersão térmica apresentam diferentes características morfológicas de acordo com o processo utilizado. Bem como, diferentes morfologias de revestimento mudam algumas propriedades mecânicas, que por consequência podem alterar o desempenho, por exemplo, de resistência à cavitação, para a mesma liga. Neste sentido, para esta pesquisa foram utilizados os processos de aspersão térmica a chama-pó (FS-pó) e HVOF, que produzem revestimentos com diferentes morfologias, a partir da mesma matéria-prima. O objetivo principal foi avaliar o comportamento desses revestimentos, com duas morfologias distintas, obtidos a partir da mesma liga, no desempenho de resistência a erosão por cavitação acelerada, considerando duas condições iniciais de superfície, polida e tratada por *shot peening*. Para este propósito foi utilizado uma liga austenítica do tipo FeCrMnSiB, sendo o tratamento de *shot peening* feito com esferas de aço. Tanto a liga como os revestimentos foram caracterizados por MEV, EDS e DRX. O teste de cavitação acelerada foi realizado pelo método indireto, conforme a norma ASTM G-32. Para caracterizar o início da erosão os revestimentos foram analisados a cada minuto de cavitação, até somar 5 minutos, após esse período foram analisados em 10, 20 e 30 minutos, daí então as análises foram realizadas a cada 30 minutos. A caracterização consistiu em: medição de perda de massa; análise do perfil de rugosidade, por microscopia confocal; morfologia da erosão, por MEV; e, transformações de fase, por DRX. Os revestimentos estudados apresentam valores similares de porosidade e teor de óxidos, sendo estes valores significativamente baixos, obtidos por otimização de parâmetros de processos de deposição. A taxa de erosão foi menor para os revestimentos tratados por *shot peening*, sendo que para o HVOF foi mais baixa do que para Chama-pó (0,10 e 0,67 mg/min, respectivamente). A microscopia confocal mostrou que a rugosidade tende a se igualar ao longo do tempo de ensaio, independente do revestimento ser polido ou tratado por *shot peening*. O MEV permitiu identificar os mecanismos de erosão para ambos os revestimentos. As análises por DRX mostraram que ocorrem transformações de fase, mas não influenciam significativamente o desempenho dos revestimentos. De uma forma geral, o estudo mostra que há diferença nos mecanismos de erosão para diferentes morfologias de revestimentos obtidos por aspersão térmica.

**Palavras-chave:** morfologia de revestimento aspergido; HVOF; FS-pó; caracterização de revestimentos; mecanismos de erosão por cavitação.

## ABSTRACT

Thermal spraying coatings have different morphological characteristics according to the process used. As well, different coating morphologies change some mechanical properties, which may consequently alter the performance, e.g., of cavitation resistance, for the same alloy. Therefore this research used two thermal spray processes, Powder FlameSpray (Powder-FS) and High Velocity Oxi-Fuel (HVOF), that produce coatings with different morphologies, from the same feedstock. The main goal is to evaluate the behavior of these coatings on accelerated cavitation test, with two different morphologies applied with the same alloy, considering two initial surface conditions, as polished and treated with shot peening. For this purpose, an austenitic alloy of the FeCrMnSiB type was used, the shotpeening treatment being made with steel spheres. Both the alloy and the coatings were characterized by SEM, EDS and XRD. The accelerated cavitation test was performed using the indirect method according to ASTM G32. To characterize the beginning of erosion the coatings were analyzed every 1 minute of cavitation at the first 5 minutes, after that period were analyzed in 10, 20 and 30 minutes, then the analyzes were every 30 minutes. The characterization consisted of: mass loss measurement; analysis of the roughness profile by confocal microscopy; analysis of the morphology of erosion area by SEM; and, Phase transformations, by XRD. The coatings studied presented similar values of porosity and oxide content, being these values significantly low, obtained by optimization of deposition process parameters. The erosion rate was lower for the coatings treated by shot peening, and for HVOF it was lower than for Powder-FS (0.10 and 0.67 mg/min, respectively). Confocal microscopy showed that the roughness tends to equalize over the test time regardless of the coatings initially being polished or shot peening treated. SEM analysis allowed identifying the erosion mechanisms for both coatings. XRD analysis showed that phase transformations occur but do not significantly influence the performance of the coatings. In general, the study shows that there is a difference in erosion mechanisms for different morphologies of coatings obtained by thermal spraying.

**Keywords:** Thermal spray coatings morphology. HVOF. Powder-FS. Coating characterization. Mechanisms of cavitation erosion.

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1 – Mapa da capacidade hidrelétrica instalada do mundo.....	15
Figura 2 – Diagrama esquemático do princípio dos processos de aspersão térmica .....	21
Figura 3 – Classificação das técnicas de AT a partir de suas fontes de energia .....	22
Figura 4 – Desenho esquemático do processo de aspersão térmica chama com alimentação axial de pó (FS-pó).....	24
Figura 5 – Desenho esquemático do processo de aspersão térmica HVOF com alimentação axial de pó.....	26
Figura 6 – Diagrama esquemático da morfologia de um revestimento aspergido .....	28
Figura 7 – Efeito do tipo de processo e respectivos parâmetros de aspersão térmica sobre a microestrutura de revestimentos de aço 316L.....	29
Figura 8 – Revestimentos de alumínio depositados por aspersão térmica.....	30
Figura 9 – Morfologias de revestimentos aspergidos obtidas por diferentes processos de aspersão térmica.....	31
Figura 10 – Desenho esquemático das tensões induzidas pelo <i>SHOT PEENING</i> .....	32
Figura 11 – Principais características do perfil de tensões residuais em uma placa que sofreu <i>shot peening</i> .....	33
Figura 12 – Formação e implosão de uma bolha de vapor .....	37
Figura 13 – Representação esquemática da implosão de bolhas de vapor.....	37
Figura 14 – Visualização dos diferentes estágios de perda de massa na cavitação .....	38
Figura 15 – Comparação da resistência à cavitação entre os revestimentos aspergidos e refundidos. ....	39
Figura 16 – Modo de falha dos revestimentos aspergido por HVOF com (a) alta porosidade e (b) baixa porosidade.....	40
Figura 17 – Representação da rugosidade média $R_a$ .....	42
Figura 18 – Efeito do cálculo da média sobre o valor de $R_a$ .....	43
Figura 19 – Representação esquemática dos valores de $R_p$ e $R_v$ .....	44
Figura 20 – Representação esquemática da definição de assimetria ( $R_{sk}$ ) e respectiva curva de distribuição de amplitude.....	44
Figura 21 – Representação esquemática da definição do parâmetro de curtose ( $R_{ku}$ ).....	45
Figura 22 – Morfologia do pó da liga Fe-Mn-Cr-Si-B.....	47
Figura 23 – Exemplo de aplicação do método de medição de porosidade e teor de óxidos na microestrutura do revestimento, conforme norma ASTM E2109.....	52
Figura 24 – Modos de falha do revestimento no ensaio de aderência.....	52
Figura 25 – Representação esquemática do ensaio de cavitação acelerada .....	54
Figura 26 – Formato e dimensões da ponteira de sacrifício .....	54

Figura 27 – Disposição dos elementos que compõem a bancada de ensaio de cavitação do laboratório REVSOLDA.....	55
Figura 28 – Exemplo de como foi localizado a mesma a área nos corpos de prova .....	57
Figura 29 – MEV dos pós da liga FeMnCrSiB atomizados em argônio .....	61
Figura 30 – Análise da composição de fases para diferentes granulometrias, separadas do mesmo pó .....	62
Figura 31 – MEV da seção transversal dos revestimentos por FS-pó .....	64
Figura 32 – Superfícies dos revestimentos FS-pó.....	65
Figura 33 – MEV da seção transversal dos revestimentos por HVOF .....	66
Figura 34 – Superfícies dos revestimentos HVOF .....	67
Figura 35 – Resultados de teor de óxidos e porosidade .....	68
Figura 36 – Mapeamento dos elementos químicos por EDS do revestimento FS-pó.....	70
Figura 37 – Mapeamento dos elementos químicos por EDS do revestimento HVOF.....	71
Figura 38 – Padrões de DRX dos revestimentos nas condições polido e tratados com <i>shot peening</i> .....	71
Figura 39 – Resultados do teste de aderência .....	72
Figura 40 – Aspecto dos corpos de prova após o ensaio de aderência .....	73
Figura 41 – Perda de massa acumulada durante o ensaio de cavitação acelerada. Os valores de taxa de erosão estão descritos próximos aos respectivo conjunto de dados .....	74
Figura 42 – Comportamento da perda de massa durante os primeiros 30 minutos de ensaio de cavitação .....	75
Figura 43 – Perfis de rugosidade antes e durante ensaio de cavitação acelerada sobre o revestimento FS pó na condição polido.....	77
Figura 44 – Perfis de rugosidade antes e durante ensaio de cavitação acelerada sobre o revestimento FS-pó com <i>Shot peening</i> .....	78
Figura 45 – Perfis de rugosidade antes e durante ensaio de cavitação acelerada sobre o revestimento HVOF na condição polido .....	79
Figura 46 – Perfis de rugosidade antes e durante ensaio de cavitação acelerada sobre o revestimento HVOF com <i>Shot peening</i> .....	80
Figura 47 – Evolução da rugosidade $S_a$ durante o ensaio de cavitação acelerada.....	81
Figura 48 – Evolução da rugosidade $S_v$ durante o ensaio de cavitação acelerada .....	82
Figura 49 – Evolução da rugosidade $S_p$ durante o ensaio de cavitação acelerada.....	83
Figura 50 – Evolução da rugosidade $S_{sk}$ durante o ensaio de cavitação acelerada .....	84
Figura 51 – Evolução da rugosidade $S_{ku}$ durante o ensaio de cavitação acelerada .....	84
Figura 52 – Relação da taxa de erosão instantânea com a rugosidade dos revestimentos por FS-pó .....	85

Figura 53 – Relação da taxa de erosão instantânea com a rugosidade dos revestimentos por HVOF .....	86
Figura 54 – Legenda dos símbolos utilizados para as análises dos MEVs das superfícies erodidas .....	87
Figura 55 – Início da erosão no revestimento FS polido.....	87
Figura 56 – Superfície erodida do revestimento FS polido .....	88
Figura 57 – Detalhe da erosão no revestimento FS polido.....	89
Figura 58 – Início da erosão no revestimento FS com <i>shot peening</i> .....	90
Figura 59 - Superfície erodida do revestimento FS com <i>shot peening</i> .....	91
Figura 60 - Detalhe da erosão no revestimento FS com <i>shot peening</i> .....	92
Figura 61 - Início da erosão no revestimento HVOF polido .....	93
Figura 62 - Superfície erodida do revestimento HVOF polido .....	94
Figura 63 - Detalhe da erosão no revestimento HVOF polido .....	95
Figura 64 - Início da erosão no revestimento HVOF polido .....	96
Figura 65 - Superfície erodida do revestimento HVOF com <i>shot peening</i> .....	97
Figura 66 - Detalhe da erosão no revestimento HVOF com <i>shot peening</i> .....	98
Figura 67 – Resultados da quantificação de fases durante o ensaio de cavitação acelerada para os revestimentos depositados por FS-pó .....	99
Figura 68 – Resultados da quantificação de fases durante o ensaio de cavitação acelerada para os revestimentos depositados por HVOF .....	100
Figura 69 – Modelo dos principais mecanismos de oxidação nos processos de aspersão térmica .....	124
Figura 70 – Gráficos dos efeitos principais sobre a velocidade das partículas.....	127
Figura 71 – Gráficos dos efeitos principais sobre a temperatura das partículas.....	128
Figura 72 – Gráfico dos efeitos principais da relação de combustão sobre a temperatura das partículas.....	128
Figura 73 – Morfologia da seção dos testes 2, 3 e 4 com granulometria -45+15 µm.....	129
Figura 74 – Morfologia da seção transversal dos testes com granulometria -106+63 µm ..	130
Figura 75 – Morfologia da seção transversal dos testes de confirmação com granulometria -63+45 µm. ....	131
Figura 76 – Gráficos dos efeitos dos parâmetros sobre o aumento percentual de dureza. ....	132



## LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Processos de aspersão térmica, suas siglas e nomes .....	23
Tabela 2 – Valores representativos de condições operacionais dos principais processos de aspersão térmica .....	23
Tabela 3 – Nomenclatura e granulometrias de partículas para <i>shot peening</i> .....	36
Tabela 4 – Composição química nominal da liga (% em peso) .....	46
Tabela 5 – Parâmetros de processo otimizados e utilizados nos revestimentos estudados .	49
Tabela 6 – Parâmetros otimizados de <i>shot peening</i> para tratamento dos revestimentos depositados por HVOF e chama-pó .....	50
Tabela 7 – Planejamento dos ensaios de cavitação e caracterizações .....	56
Tabela 8 – Parâmetros utilizados nas análises por DRX.....	57
Tabela 9 – Combinações de parâmetros do processo chama pó.....	126
Tabela 10 – Análise de variância da porosidade entre os revestimentos FS-pó e HVOF, com nível de significância de 95%.....	141
Tabela 11 – Análise de variância do teor de óxidos entre os revestimentos FS-pó e HVOF, com nível de significância de 95%.....	142
Tabela 12 – Teste de comparação pelo método de Tukey para percentual de porosidade. ....	142
Tabela 13 – Teste e comparação pelo método de Tukey para teor de óxidos.....	143

## SUMÁRIO

<b>1</b>	<b>INTRODUÇÃO .....</b>	<b>14</b>
<b>2</b>	<b>JUSTIFICATIVAS.....</b>	<b>17</b>
<b>3</b>	<b>HIPÓTESES .....</b>	<b>18</b>
<b>4</b>	<b>OBJETIVOS .....</b>	<b>19</b>
4.1	OBJETIVOS ESPECÍFICOS.....	19
<b>5</b>	<b>REVISÃO BIBLIOGRÁFICA .....</b>	<b>20</b>
5.1	ASPERSÃO TÉRMICA.....	20
5.1.1	Processo de Aspersão Térmica Chama-pó ( <i>Flame Spray</i> - FS).....	24
5.1.2	Aspersão Térmica por Chama de Alta Velocidade - HVOF.....	25
5.1.3	Morfologia dos Revestimentos Aspergidos .....	27
5.2	<i>SHOT PEENING</i> .....	31
5.2.1	Variáveis operacionais de <i>shot peening</i> .....	34
5.3	EROSÃO POR CAVITAÇÃO .....	36
5.4	CAVITAÇÃO EM REVESTIMENTOS ASPERGIDOS .....	39
5.5	PARAMETROS DE RUGOSIDADE .....	41
5.5.1	Rugosidade média (Ra).....	42
5.5.2	Máxima altura de pico (Rp).....	43
5.5.3	Máxima profundidade de vale (Rv) .....	43
5.5.4	Assimetria (Rsk) .....	44
5.5.5	Curtose (Rku). .....	45
<b>6</b>	<b>MATERIAIS E MÉTODOS.....</b>	<b>46</b>
6.1	DEPOSIÇÕES POR ASPERSÃO TÉRMICA .....	46
6.1.1	Seleção da matéria-prima.....	46
6.1.2	Deposições por Aspersão Térmica HVOF e FS-pó.....	48
6.1.3	Tratamento por <i>shot peening</i> .....	49
6.2	CARACTERIZAÇÃO DOS REVESTIMENTOS.....	50
6.2.1	Análise da Fração de Área de Óxidos e Poros .....	51
6.2.2	Ensaio de aderência.....	52
6.3	ENSAIO DE EROSÃO POR CAVITAÇÃO .....	53
6.3.1	Planejamento experimental para o ensaio de cavitação .....	55
6.3.2	Medição de massa.....	56
6.3.3	Morfologia da área erodida .....	56
6.3.4	Análise de fases .....	57
6.3.5	Análise da rugosidade por microscopia confocal .....	58
<b>7</b>	<b>RESULTADOS.....</b>	<b>60</b>
7.1	CARACTERIZAÇÃO DOS PÓS.....	60

7.2	CARACTERIZAÇÃO DOS REVESTIMENTOS.....	63
7.2.1	Morfologia dos revestimentos depositados .....	63
7.2.2	Mapeamento da composição química por EDS .....	69
7.2.3	Identificação das fases cristalinas por DRX .....	71
7.2.4	Aderência.....	72
7.3	EROSÃO POR CAVITAÇÃO .....	74
7.3.1	Perda de massa .....	74
7.3.2	Transformações dos perfis de rugosidade .....	76
7.3.3	Relação da taxa de erosão com a rugosidade .....	85
7.3.4	Caracterização por microscopia eletrônica de varredura (MEV) .....	86
7.3.5	Transformações de fase durante a cavitação .....	99
7.4	CONSIDERAÇÕES FINAIS.....	100
8	<b>CONCLUSÕES .....</b>	<b>101</b>
9	<b>SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS .....</b>	<b>102</b>
10	<b>REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....</b>	<b>103</b>
	<b>APÊNDICE I .....</b>	<b>108</b>
	<b>APÊNDICE II .....</b>	<b>124</b>
	<b>APÊNDICE III .....</b>	<b>132</b>
	<b>APÊNDICE IV.....</b>	<b>133</b>
	<b>APÊNDICE V.....</b>	<b>141</b>
	<b>APÊNDICE VI.....</b>	<b>144</b>

## 1 INTRODUÇÃO

A fabricação e a recuperação de componentes mecânicos que apresentam perda de massa por cavitação é um grande desafio, pois, apesar dos danos gerados pela cavitação terem sido minimizados, com melhorias do perfil hidráulico, aliado à evolução dos novos materiais utilizados, ainda assim não foram totalmente eliminados.

A cavitação ocorre quando um líquido em fluxo, devido à aceleração, gera uma redução de pressão localizada, com isso há a formação de bolhas de vapor que, ao implodirem próxima a superfície, liberam energia e promovem erosão.

Um grande problema existente em pás de turbinas hidráulicas, que apresentam erosão por cavitação, é o surgimento de trincas durante operação. Este tipo de máquina hidráulica trabalha em condições de fadiga, que geram esforços mecânicos e favorecem a nucleação de trincas, principalmente quando somado a defeitos de fundição, ou ainda, devido à tensão residual gerada por operações de manutenções por soldagem de áreas cavitadas anteriormente. Sendo que a soldagem, seguida pelo processo de acabamento por desbaste abrasivo, também pode gerar alteração no perfil hidráulico do componente.

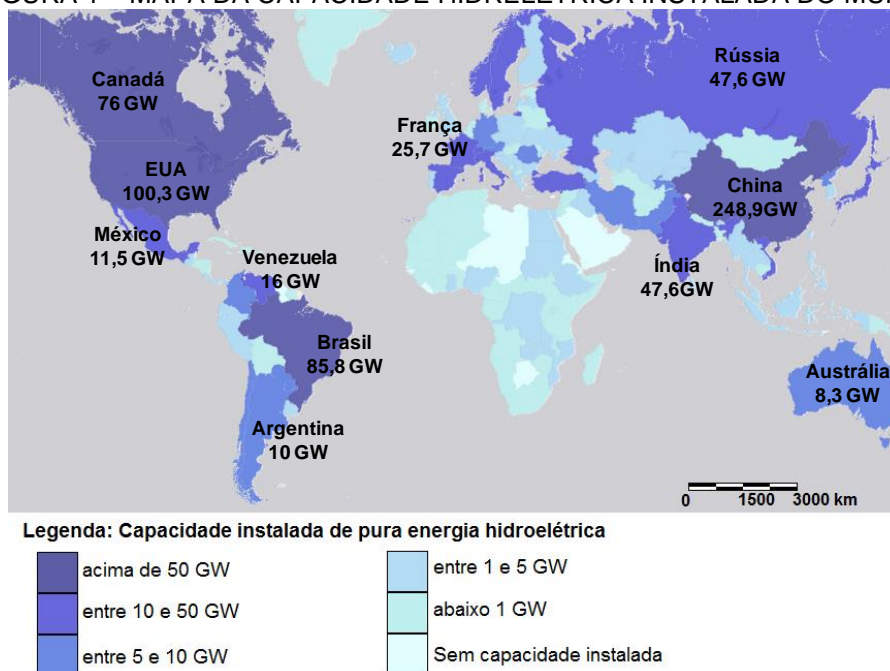
Na atualidade, os reparos por soldagem têm melhorado bastante, principalmente pela otimização dos materiais de revestimento e pelo melhoramento dos procedimentos de soldagem, facilitando a obtenção de revestimentos de elevada resistência à cavitação. No entanto, a soldagem tem como característica a formação de tensão residual, o que compromete a vida útil do componente. O tratamento térmico após soldagem pode minimizar essas tensões, porém esse é um procedimento difícil de ser executado em campo, principalmente em rotores hidráulicos de grande porte.

Devido a estas complicações geradas pela soldagem, tem sido necessário explorar outras técnicas de reparo, que diminuam a formação de tensão residual e minimizem as alterações do perfil hidráulico. Entre os processos utilizados para aplicação destes tipos de revestimentos, a aspersão térmica tem chamado atenção devido aos avanços apresentados, tanto para resistência a erosão por cavitação (SANG; LI, 1995; HOU, *et al.*, 2014), como para resistência à corrosão (PAREDES, 1998; ZHENG *et al.*, 2013).

Em relação à quantidade de pesquisas nas áreas específicas que envolvem a erosão por cavitação, é notável o grande número de publicações de origem oriental, mais especificamente chinesa, isto pode ser explicado devido à grande capacidade instalada de geração de energia elétrica por hidroelétricas na China, sendo que as turbinas

hidroelétricas são os componentes que mais chamam atenção em relação aos problemas com cavitação. Segundo a Associação Internacional de Energia Hidrelétrica (IHA - *International Hydropower Association*), a China tem a maior capacidade hidroelétrica instalada, com 248,9 GW, seguida pelos Estados Unidos com 100,3 GW. O Brasil tem a terceira maior capacidade instalada, com 85,8 GW (IHA, 2014). A Figura 1 apresenta um panorama mundial de capacidade hidroelétrica instalada.

FIGURA 1 – MAPA DA CAPACIDADE HIDRELÉTRICA INSTALADA DO MUNDO



FONTE: Adaptado de IHA (2014).

Entre os trabalhos publicados sobre revestimentos depositados por aspersão térmica aplicados na proteção à erosão por cavitação, novamente os chineses se destacam, tanto pela quantidade, como pela qualidade. Isto evidencia a necessidade de evoluir nesta área e reafirma a aspersão térmica como uma alternativa em potencial para este tipo de aplicação.

A deposição de um revestimento aspergido garante a integridade estrutural e metalúrgica do componente, sendo que a grande vantagem da aspersão térmica sobre outros processos utilizados na aplicação de revestimentos resistentes a cavitação, como a soldagem, é a não ocorrência de ciclos térmicos com elevados aquecimento e resfriamento do substrato. Ou seja, as propriedades de um componente revestido não são alteradas significativamente, levando em consideração que revestimentos depositados por aspersão térmica apresentam tensão residual tipicamente negativa

(compressiva) (SAMPATH, *et al.*, 2004; LUZIN, VALAREZO, SAMPATH, 2008; VALAREZO, *et al.*, 2010).

As propriedades mecânicas dos revestimentos aspergidos são diretamente dependentes do material depositado e da morfologia resultante. A morfologia é definida como a formação da estrutura lamelar característica de revestimentos aspergidos, constituída pelo material, poros e óxidos. A quantidade dos óxidos e poros é dependente do processo de aspersão utilizado e variam para diferentes regulagens dos parâmetros e procedimento de deposição. Ou seja, é possível diminuir ou aumentar a relação entre a quantidade de material depositado e os óxidos e poros, mudando o processo de aplicação, bem como, alterando parâmetros deste processo.

Alguns trabalhos mostram grandes melhorias de morfologia já obtidas pelo grupo de estudos de aspersão térmica da Universidade Federal do Paraná, utilizando com recursos para tal, o pré e pós-aquecimento (PADILHA, 2011; TREVISANI, 2012; VÁZ, 2013; SILVA, 2016), otimização de parâmetros para maiores velocidade de transferências de partículas (SUCHARSKI, *et al.*, 2015a; AGUIAR, 2016) e desenvolvimento de novas ligas (PUKASIEWICZ, 2008; CARDOZO, 2014; VERONA, 2016). Para reduzir ainda mais a porosidade e melhorar o acabamento de revestimentos aspergidos é possível utilizar o processo de jateamento com granalhas esféricas, conhecido como *shot peening*. Com a utilização deste tratamento sobre o revestimento aspergido, através das alterações morfológicas geradas, é possível aumentar significativamente a qualidade do revestimento, sabendo-se que, o que define a qualidade de um revestimento aspergido, submetido a uma situação de cavitação, é a relação entre a as propriedades do material junto à morfologia do revestimento e a capacidade dele de resistir aos efeitos de erosão por cavitação. No entanto, ainda é vaga a compreensão sobre como a morfologia de revestimentos aspergidos interagem com os esforços da cavitação.

Assim, é uma grande motivação poder avançar os estudos de revestimentos de aspersão térmica resistente a cavitação, tendo em vista que os resultados aqui apresentados são de grande relevância e vão ajudar na tomada de decisão de trabalhos futuros. Além do que, este estudo ajuda a difundir o uso desta tecnologia, já que no Brasil a aspersão térmica ainda não é um procedimento tão bem conhecido e comumente utilizado para fins de fabricação e manutenção, de forma especial para os processos de aspersão a chama (FS) e de elevada velocidade (HVOF).

## 2 JUSTIFICATIVAS

De uma forma geral, a aplicação de revestimentos por aspersão térmica se justifica por ser uma tecnologia que permite utilizar como matéria-prima materiais com propriedades específicas para resistir a determinados tipos de danos, gerando o mínimo de degradação das propriedades originais do componente revestido.

Em relação aos revestimentos resistentes à cavitação, o estudo se justifica pela vantagem de ser possível aplicar um revestimento, tanto durante a fabricação como na manutenção, de tal forma a minimizar a geração de tensões residuais que comprometem a integridade estrutural do componente.

Especificamente, este estudo vai permitir compreender como a morfologia de um revestimento aspergido influencia os mecanismos de erosão por cavitação, bem como, a comparação entre as morfologias de revestimentos produzidas pelos dois processos de aspersão térmica, um convencional (FS) com outro mais sofisticado (HVOF), permitirá ainda ampliar o entendimento das propriedades mecânicas destes revestimentos aspergidos. Muitos trabalhos têm abordado os mecanismos de erosão por cavitação sobre revestimentos aplicados por aspersão térmica, no entanto, ainda existem algumas questões não abordadas, como a influência da distribuição de óxidos e poros sob cavitação.

A justificativa da utilização do processo de aspersão térmica chama (FS) é baseada na pequena quantidade de referências recentes na literatura sobre erosão por cavitação em revestimentos aplicados por esta técnica, considerando o quesito econômico, que neste caso apresenta um custo significativamente menor quando comparado a outros processos de aspersão térmica. E ainda, na versatilidade, pois neste processo é possível aplicar ligas em pó, que podem ser obtidas a partir da mistura de pós elementares, ou seja, não tem limitações devido a inviabilidade de fabricação de arames ou varetas de determinados materiais ou ligas.

Este trabalho também é uma contribuição de inovação, sendo que o tratamento de *shot peening* sobre os revestimentos aspergidos é uma alternativa inédita para aumentar a resistência à erosão por cavitação. Também está envolvida, indiretamente, a relação técnica/econômica, caso seja considerado bom o desempenho do processo de menor custo (FS) para um determinado caso, ou seja, em situações onde a erosão por cavitação não seja considerada severa, talvez seja maior a vantagem de aplicar um revestimento de menor desempenho, porém de menor custo.

### 3 HIPÓTESES

- É possível obter um revestimento depositado por aspersão térmica chama-pó que apresente um desempenho de resistência erosão por cavitação equivalente ao desempenho de um revestimento depositado por aspersão térmica HVOF.
- É possível que o tratamento superficial de *shot peening* gere alterações morfológicas e microestruturais que aumente a resistência à erosão por cavitação de revestimentos depositados por aspersão térmica.



## 4 OBJETIVOS

Estudar os mecanismos de erosão por cavitação sobre diferentes morfologias de revestimentos depositados por aspersão térmica a chama FS-pó e HVOF, com e sem tratamento posterior de *shot peening*.

### 4.1 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

Neste trabalho serão desenvolvidos alguns pontos específicos para testar as hipóteses levantadas e atingir o objetivo geral, são eles:

- Avaliar o desempenho dos revestimentos no ensaio de cavitação acelerada;
- Determinar os mecanismos de erosão em função das diferenças morfologias de revestimentos obtidas pelos processos FS e HVOF, com e sem *shot peening*;
- Avaliar a influência da rugosidade obtida por polimento e *shot peening* sobre o estágio inicial da erosão por cavitação;
- Caracterizar as transformações de fase e alterações morfológicas geradas nos revestimentos pelo processo *shot peening*;
- Avaliar a ocorrência de transformações de fases induzidas por deformação durante a erosão por cavitação.

## 5 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

### 5.1 ASPERSÃO TÉRMICA

Os processos de aspersão térmica são formados por um grupo de técnicas que permitem depositar revestimentos de materiais metálicos, não metálicos ou misturas deles na forma de camadas, sobre uma superfície previamente preparada, definida como substrato. A intensão desses revestimentos é alterar as propriedades superficiais (ASM, 2004; AWS, 1985). A aplicação de revestimento, de uma forma geral, visa principalmente aproveitar as vantagens das propriedades específicas do material depositado, e com isso aumentar a resistência à corrosão e diminuir as taxas de desgaste e erosão em peças e componentes estruturais sujeitos a ambientes agressivos. Além disso, a aplicação desses revestimentos também tem sido utilizada para revestir peças que necessitam de isolamento térmico e elétrico ou compatibilidade biológica (PAREDES, 1998; LIMA, TREVISAN, 2007).

Para uma definição geral dos processos de aspersão térmica tem-se que, o material de revestimento, que pode estar inicialmente na forma de pó, arame, vareta ou cordão flexível, é alimentado em uma pistola de aspersão que possui uma fonte de calor, cuja origem pode ser por combustão ou elétrico (arco elétrico, plasma, indução).

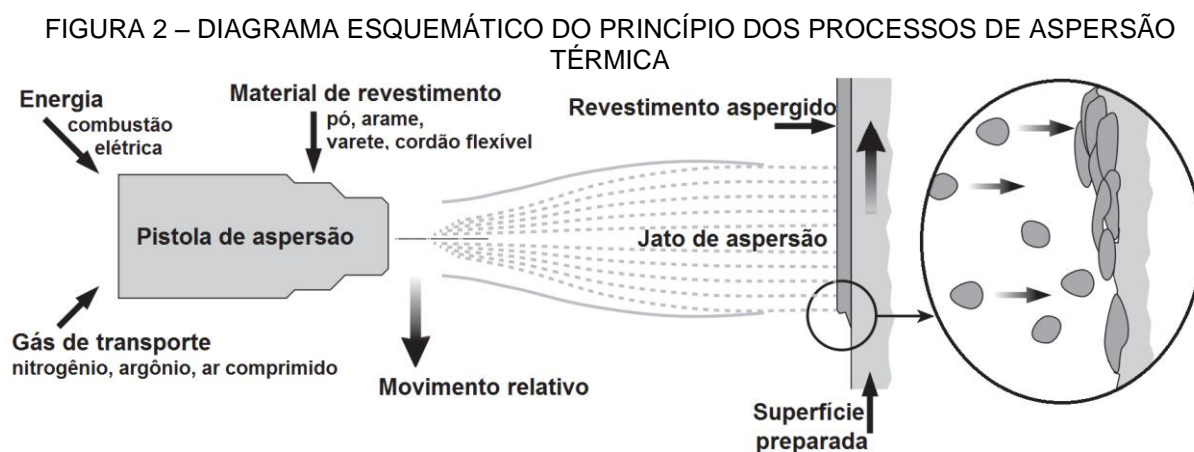
Estas fontes de calor fornecem a energia térmica para que o material a ser depositado atinja o estado de fusão ou de alta plasticidade. Nos processos de aspersão, o material na forma de pó ou arame, ao passar pelo bico da pistola, é aquecido a elevada temperatura e transferido até o substrato por meio gasoso, neste momento as partículas absorvem energia térmica e cinética. A energia térmica contida nas partículas ainda pode ser aumentada pela reação exotérmica de oxidação. Já a energia cinética pode ser aumentada em alguns modelos de pistola, tais como tipo Venturi e câmara convergente divergente, onde o perfil interno do bocal favorece a aceleração do fluxo do gás de transporte juntamente com os produtos de combustão.

Além disso, os gases do plasma ou da combustão, o gás de transporte (ar comprimido ou o gás inerte), devido às altas temperaturas atingidas, se expandem (segundo o modelo de bocal da pistola), acelerando ainda mais as partículas do material fundido e/ou semifundido contra a superfície do substrato. As partículas ao colidirem com a superfície sucessivamente com elevada energia cinética e térmica se deformam, arrefecem e se ancoram mecanicamente na rugosidade da superfície do material base,

bem como sobre as partículas previamente depositadas, formando uma estrutura lamelar (SULZER, 2012; PUKASIEWICZ, 2008; TAKIMI, 2004).

É importante destacar que, no momento do contato das partículas com o substrato, é transferida uma elevada energia cinética e térmica, gerando uma transferência de calor que, se o substrato tiver adequadamente preparado, pode ser facilitada a difusão de alguns dos constituintes do material aspergido para o substrato, ou até a formação de ponto de microsoldagem, isto pode ser melhorado ainda mais quando se utiliza o recurso de pré-aquecer o substrato (PAREDES, 1998; PUKASIEWICZ, 2008; SUCHARSKI, 2012).

O acima comentado pode ser observado na Figura 2, onde é apresentando esquematicamente o processo de aspersão térmica.



FONTE: Adaptado de Oerlikon Metco (2016).

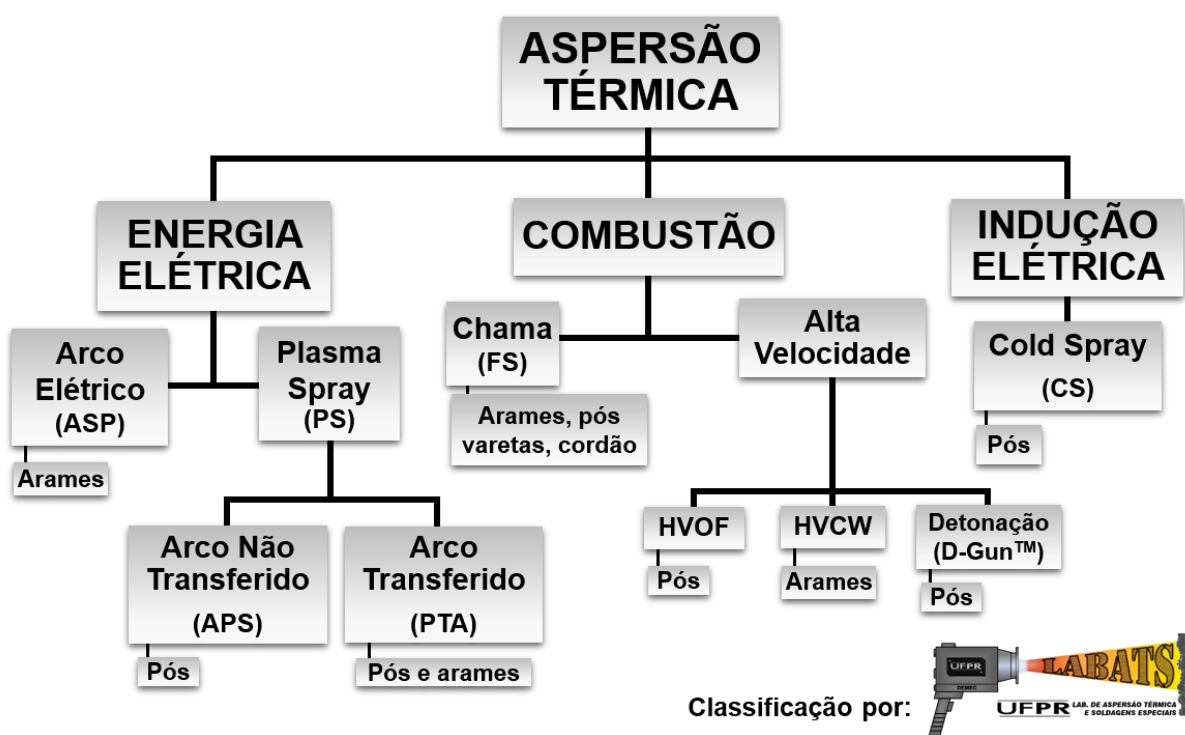
Entre as vantagens da aspersão térmica está a diversidade de materiais para serem depositados, tais como: a maioria dos metais e suas ligas, óxidos, materiais cerâmicos, carbonatos, boretos e hidretos (ASM, 1994). Por outro lado, os processos apresentam uma dificuldade de deposição de revestimentos em geometrias complexas, pois a superfície a ser revestida deve ser completamente visível pela tocha ou pistola de aspersão (ALMEIDA, 2005).

Os processos de aspersão térmica podem ser classificados segundo diversos critérios, uma das formas de classificação é a partir da matéria-prima, na maioria dos casos pós ou arames (SCHIEFLER FILHO, 2004), porém alguns fabricantes apresentam técnicas que utilizam como consumíveis varetas e cordões flexíveis (*flexicord*) (OERLIKON METCO, 2016; SAINT GOBAIN, 2014), outra forma também comumente utilizada para diferenciar os processos é pela forma de aquecimento, que pode ser por

combustão ou eletricidade, e ainda pela forma de aceleração das partículas, ar comprimido ou um gás inerte. Além disso, para um mesmo processo pode haver algumas alterações, como por exemplo, alimentação axial ou radial de pó, deposição em atmosfera normal ou sob vácuo, entre outros (LIMA, 2001).

No trabalho de Sucharski (2012), foi apresentada a classificação dos processos de aspersão térmica sugerida pelo LABATS (Laboratório de Aspersão Térmica e Soldagens Especiais) considerando a fonte de aquecimento (Figura 3), neste os processos são divididos em três grandes grupos: por combustão; por energia elétrica; e por indução elétrica.

FIGURA 3 – CLASSIFICAÇÃO DAS TÉCNICAS DE ASPERSÃO TÉRMICA A PARTIR DE SUAS FONTES DE ENERGIA



FONTE: Adaptado de Sucharski (2012).

Os nomes dos processos não apresentam tradução consagrada para o português, sendo bastante difundido o uso das siglas em inglês para identificar cada processo. Em função disto, optou-se por apresentar as siglas e os nomes em inglês dos processos, além de uma sugestão de tradução. No decorrer do trabalho os processos serão chamados pelas suas siglas.

Desta forma, segue a Tabela 1 com os nomes dos principais processos de aspersão térmica e as respectivas siglas.

TABELA 1 – PROCESSOS DE ASPERSÃO TÉRMICA, SUAS SIGLAS E NOMES

Fonte de Aquecimento	Sigla	Nome em Inglês	Nome Usual em Português
Energia elétrica	ASP	Arc Spray Process	Arco Elétrico
	APS	Air Plasma Spraying	Plasma por Arco não Transferido
	PTA	Plasma Transferred Arc	Plasma por Arco Transferido
Combustão	FS (-po/-arame)	Flame Spray	Chama Oxiacetilênica (pó ou arame)
	HVOF	High Velocity Oxy-Fuel	Chama de Alta Velocidade ou Ultrassônico
	HVCW	High Velocity Combustion Wire	Chama de Alta Velocidade com Arame
	D-Gun™ ou DS	Detonation Thermal Spraying Process	Detonação
Indução Elétrica	CS ou CGSM	Cold Spray ou Cold-Gas Spraying Method	Aspersão a Frio

FONTE: O autor (2016).

Na Tabela 2 são apresentadas algumas das condições de operação para os processos de aspersão térmica relatados anteriormente.

TABELA 2 – VALORES REPRESENTATIVOS DE CONDIÇÕES OPERACIONAIS DOS PRINCIPAIS PROCESSOS DE ASPERSÃO TÉRMICA

Processo	Temperatura aproximada chama ou arco (°C)	Gás de transporte	Velocidade das Partículas (m/s)	Taxa de deposição (kg/h)
FS-pó	≤3160	N <sub>2</sub> ou Ar	≤50	1-6
FS-arame	≤3160	Ar comprimido	≤180	6-12
ASP	~4000	Ar comprimido ou Ar comprimido aquecido*	~150	8-20
HVOF	≤2900	N <sub>2</sub>	≤650	2-18
HVCW	≤2900	Ar comprimido	≤300	2-8
APS	≤16000	N <sub>2</sub> ou Ar	≤450	4-8
D-Gun™	>2900	N <sub>2</sub>	≤1000	3-6
CS	≤600	N <sub>2</sub> ou He	550-1000	4-8

\*em desenvolvimento no LABATS 2016/2017.

FONTE: Adaptado de SCHIEFLER FILHO (2004) e OERLIKON METCO (2016).

Tem-se que as características microestruturais dos revestimentos e, como consequência, as propriedades mecânicas apresentadas, são diretamente influenciadas pela limpeza da superfície (Sa3), rugosidade e aquecimento do substrato (pré e/ou pós-aquecimento), e principalmente pelas magnitudes das energias térmica e cinética transferidas às partículas durante a aspersão. Estas, por sua vez, dependem diretamente do tipo de processo e dos parâmetros selecionados (LIMA; TREVISAN, 2007). Ou seja, a variação de energia da chama ou do arco, a velocidade imposta às partículas, a taxa

de deposição e as condições da preparação do substrato oferecem diferentes graus de desempenho por alterar as características do revestimento obtido.

Na sequência, a descrição dos processos de aspersão térmica é apenas para os dois processos que compõem o planejamento experimental desta tese, ou seja, somente serão apresentados em detalhes os processos por chama (FS) com alimentação por pó e o de alta velocidade (HVOF).

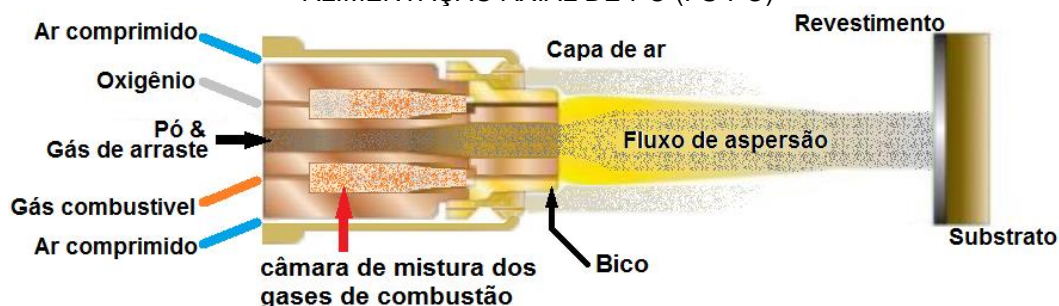
### 5.1.1 Processo de Aspersão Térmica Chama-pó (*Flame Spray - FS*)

Processo que utiliza o calor gerado pela combustão de uma mistura de gases (oxigênio-acetileno ou oxigênio-propano) para fornecer a energia térmica para o material de deposição. A matéria-prima para revestimentos deste processo podem ser metais, ligas metálicas, materiais cerâmicos ou alguns polímeros, que podem ser utilizados sob a forma de pó ou arame (sólido ou tubular).

No trabalho de Padilha (2011) é descrito que a mistura dos gases ( $C_2H_2 + O_2$ ) no bico da pistola produz uma combustão capaz de fundir o material a ser depositado. Em seguida, um jato composto por gases da combustão e o gás de transporte atomiza o metal fundido projetando-o com alta velocidade contra o substrato. A variação na porcentagem da mistura de gases utilizados interfere no aporte térmico fornecido à partícula a ser aspergida.

Quando é utilizado material de aporte na forma de pó, este é transportado até a pistola por um gás de arraste ( $N_2$  ou Ar), entra em contato com a chama, funde e são projetadas contra o substrato. Na Figura 4 é apresentado um desenho esquemático de um corte lateral da pistola de chama com alimentação axial de pó (FS-pó).

FIGURA 4 – DESENHO ESQUEMÁTICO DO PROCESSO DE ASPERSÃO TÉRMICA CHAMA COM ALIMENTAÇÃO AXIAL DE PÓ (FS-PÓ)



FONTE: Adaptado de Oerlikon Metco (2016).

Nesta configuração de pistola de aspersão térmica, o combustível e o oxigênio passam por uma câmara de mistura de gases antes de iniciar a combustão afrente do bico. O ganho de energia cinética pelas partículas em voo é dado pelo gás de transporte somado com a expansão dos gases de combustão, formando o fluxo de aspersão. O ar comprimido é utilizado para resfriar o bico da pistola e formar uma capa de ar que envolve o fluxo de aspersão, concentrando a chama e diminuindo o espalhamento das partículas aspergidas. O material aquecido, impelido contra o substrato, sofre deformação pelo impacto, se conformando sobre a rugosidade da superfície, formando pontos de ancoramento mecânico e, com isso, garantindo a aderência, resultando em uma camada de revestimento (SMITH; FAST, 1994; KREYE, 1998; LIMA; TREVISAN, 2007).

O “*flame spray*” é caracterizado por atingir velocidade de impacto de partículas de 30 até 180 m/s, temperaturas das partículas em voo entre 2000 e 2800 °C, tensão de aderência média entre 20 e 38 MPa, porosidade entre 15 e 20% e 4 a 15% de óxidos (IRVING, 1993).

#### 5.1.2 Aspersão Térmica por Chama de Alta Velocidade - HVOF

Existem dois processos principais denominados como processos de alta velocidade. O HVOF e o HVCW surgiram como alternativa aos processos a chama convencional (FS), em aplicações onde fossem necessários revestimentos mais densos e com menores níveis de poros e óxidos, foram desenvolvidos no início dos anos oitenta.

A principal característica do processo HVOF é a alta energia cinética, o que resulta em menor tempo de voo das partículas, revestimentos com maior aderência, menores teores de óxidos e poros. O campo de aplicação destes sistemas, apesar do custo ser ainda alto se comparado aos processos por chama (FS), tem se expandido muito nos últimos anos, recebendo grande atenção de pesquisadores no desenvolvimento de processos que derivam dos convencionais de alta velocidade, principalmente para deposição de revestimentos duros.

Nestes sistemas o combustível e o oxigênio passam por uma câmara de mistura antes de passar para a câmara de combustão, resultando em uma combustão estável e uniforme. O material de deposição na forma de pó é introduzido no bocal utilizando gás nitrogênio; o pó ao passar por uma câmara quente tipo venturi é aquecido e acelerado a elevadas velocidades para fora do bocal. A alta pressão dentro da câmara de combustão

gera um jato de exaustão de alta velocidade. Os gases de combustão fluem através de um bocal para fora da pistola a velocidades supersônicas (PAREDES, 1998).

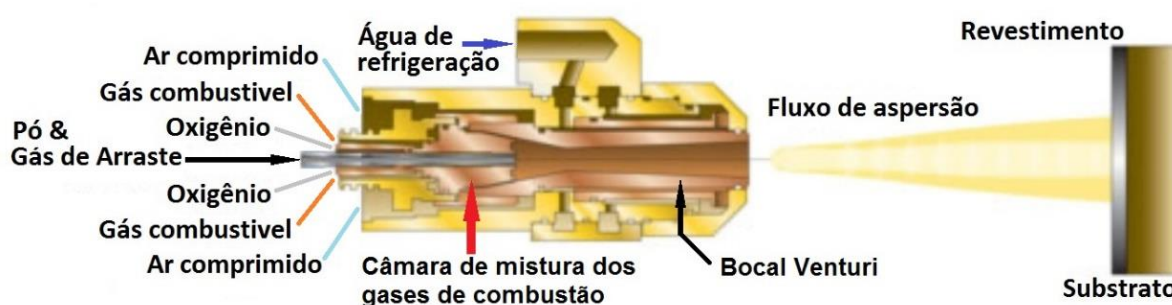
Em consequência da alta velocidade, as partículas são expostas durante poucos milissegundos à chama, não permitindo grande oxidação das partículas durante o transporte e consequentemente fazendo com que os revestimentos possuam baixa quantidade de óxidos e poros.

A razão de vazão de oxigênio/ combustível é o que determina a temperatura que a chama alcança. No caso, a mistura de oxigênio/acetileno (1,5:1 em volume) alcança aproximadamente 3160 °C e oxigênio/propileno (4:1 em volume) alcança aproximadamente 2900 °C (PAWLOWSKI, 2008).

Devido à alta energia cinética deste processo, o pequeno intervalo de tempo que as partículas entram em contato com a fonte de calor não é suficiente para fundir todo o volume aspergido, sendo a grande maioria das partículas apenas aquecidas. Como efeito, tem-se que as partículas são sofrem menor deformação quando comparados aos processos de maior temperatura de partícula e menor velocidade de transferência (ASP, APS, FS), porém geram uma camada de alta compactação com baixa porosidade, o que resulta em maior aderência ao substrato e coesão entre as partículas depositadas.

Na Figura 5 é apresentado um desenho esquemático do processo de aspersão térmica HVOF, com bocal Venturi e alimentação axial de pó. Neste, a combustão é iniciada após a câmara de mistura de gases, sendo acelerada por um bocal tipo Venturi. O pó é alimentado neste ponto, onde começa a ganhar energia térmica e cinética. E assim, no momento do impacto contra o substrato as partículas transferem elevada energia (impacto + calor). Neste modelo de pistola é utilizado combustível gasoso, como por exemplo, propileno, propano, hidrogênio, acetileno ou gás natural (SULZER, 2012; OERLIKON METCO, 2016).

FIGURA 5 – DESENHO ESQUEMÁTICO DO PROCESSO DE ASPERSÃO TÉRMICA HVOF COM ALIMENTAÇÃO AXIAL DE PÓ



FONTE: Adaptado de OERLIKON METCO (2016).



É importante ressaltar que as partículas que são arrastadas pelo gás de transporte e ejetadas no bocal pelo gás de arraste não sofrem superaquecimento, pois, apesar de passarem através dos gases em combustão, que estão à elevada temperatura, a velocidade de projeção faz com que o tempo de exposição seja reduzido, fazendo com que não haja grande transferência de calor. Segundo Takimi (2004) o aquecimento promove a plastificação das partículas, mesmo utilizando gases de combustão de menor poder calorífico, o que tem sido considerado relevante de modo a minimizar as tensões residuais.

Segundo Pawlowski, 2008, os revestimentos obtidos por HVOF apresentam maior qualidade em relação à diminuição de porosidade e maior aderência, aliado à baixos níveis de tensões residuais, à maior eficiência de deposição, à menor sensibilidade a mudança de ângulo de aspersão e à menos variáveis críticas no processo quando comparados aos processos convencionais de aspersão. Entende-se, neste caso, tensões residuais como as tensões no revestimento (interlamelar), pois ao contrário do processo de deposição por soldagem, o processo de aspersão não gera tensões residuais no substrato.

Outras características são listadas abaixo (PAWLOWSKI, 2008):

- Taxa de alimentação de pó: 1,2 a 4,8 kg/h;
- Aderência da camada: > 90 MPa;
- Porosidade: < 1%;
- Espessuras típicas depositadas: 100 a 300  $\mu\text{m}$ ;
- Pressões típicas do gás combustível: 3 a 7 atm.

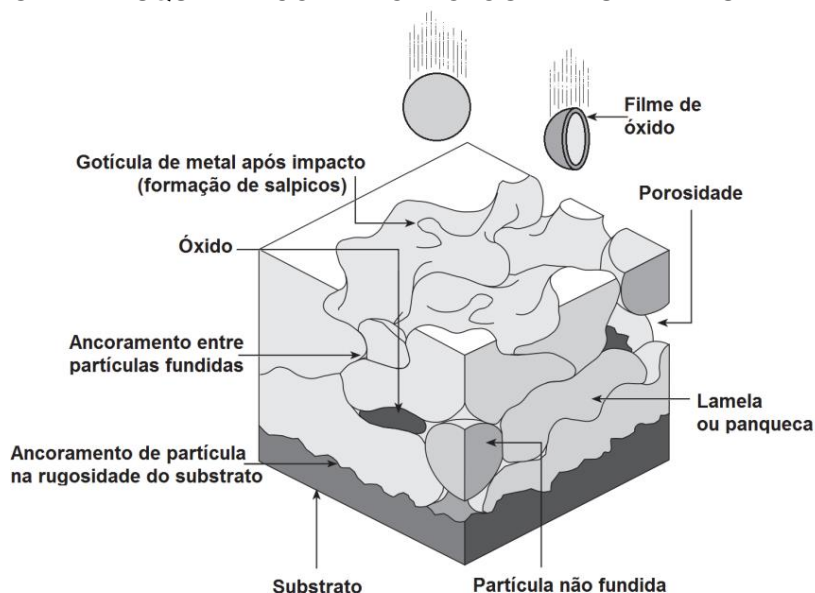
### 5.1.3 Morfologia dos Revestimentos Aspergidos

De uma forma geral, independente do material que compõem um revestimento aspergido, a morfologia é definida pela formação estrutural (de lamelas) do revestimento (microconstituintes), a qual é composta pelas partículas aspergidas deformadas (tipo panquecas), salpicos (respingos), óxidos e porosidade. A ligação entre as lamelas e o substrato pode ser mecânica, metalúrgica, química, física ou uma combinação dessas formas (AWS, 1985).

A definição de porosidade em revestimentos depositados por aspersão térmica é diferente da usualmente vista nas áreas de fundição e soldagem, onde porosidade é o aprisionamento de gases no interior de uma estrutura, normalmente apresentando

geometria esférica. A porosidade dos revestimentos aspergidos é definida neste trabalho por vazios entre as partículas aspergidas, conforme é indicado na Figura 6, que apresenta um desenho esquemático da morfologia característica de revestimentos produzidos por aspersão térmica, com lamelas, poros e óxidos.

FIGURA 6 – DIAGRAMA ESQUEMÁTICO DA MORFOLOGIA DE UM REVESTIMENTO ASPERGIDO



FONTE: Adaptado de Oerlikon Metco (2016).

Os dois processos de aspersão térmica a serem comparados apresentam grande diferença na morfologia do revestimento. O processo FS-pó é de baixa energia cinética, o que faz com que uma grande energia térmica seja transferida para as partículas, ou seja, as partículas ficam mais tempo expostas a fonte de calor, isso permite que as partículas tenham maior molhabilidade ao se chocarem contra o substrato, formando panquecas alongadas, apresentando uma estrutura com filmes de óxidos interlamelares, bem como porosidade.

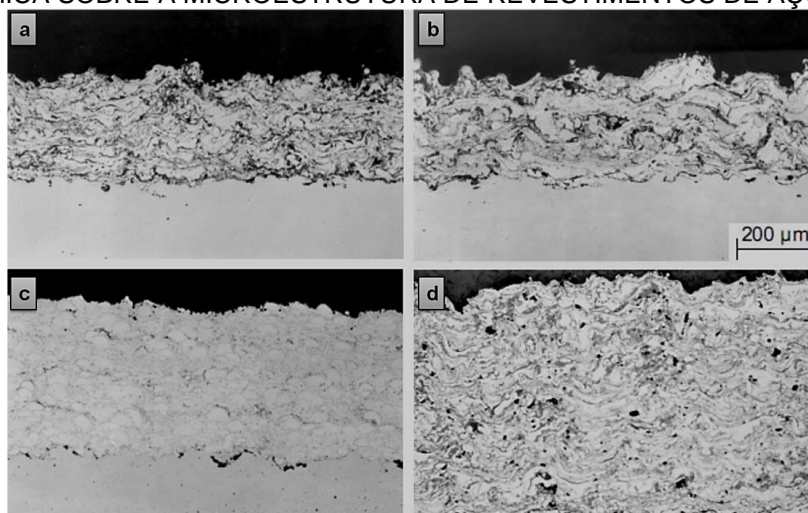
Já o processo HVOF tem alta energia cinética e consequentemente menor energia térmica transferida para as partículas, devido ao pequeno tempo de exposição dessas partículas à fonte de calor, isso gera um revestimento de alta compactação, independente da baixa molhabilidade das partículas, resultando em baixa oxidação, porém com micro porosidade (PAWLOWSKI, 2008).

O efeito de molhabilidade, que ocorre entre as partículas aspergidas e o substrato e camadas já depositadas, não depende somente da energia térmica e cinética contida nas partículas, também tem especial importância a temperatura do substrato, ou seja, se foi utilizado preaquecimento ou não. O preaquecimento do substrato permite aumentar

o mecanismo de molhamento, pela diminuição da taxa de transferência de calor para o substrato, ou seja, o aumento do tempo de resfriamento da partícula permite que seja mais eficiente o efeito do molhamento, isto possibilita obter revestimentos com maior aderência e menor porosidade.

A Figura 7 mostra as diferentes características dos processos na deposição de um mesmo material, comparando a microestrutura de revestimentos de aço inoxidável austenítico 316L, depositado sobre aço ao carbono, por diferentes técnicas de aspersão. Percebe-se que as diferenças nas técnicas resultam em diferentes morfologias, com variações de teor de óxidos e diferentes níveis de porosidade e, em decorrência disso, revestimentos com diferentes graus de compactação (SCHIEFLER FILHO, 2004).

FIGURA 7 – EFEITO DO TIPO DE PROCESSO E RESPECTIVOS PARÂMETROS DE ASPERSÃO TÉRMICA SOBRE A MICROESTRUTURA DE REVESTIMENTOS DE AÇO 316L

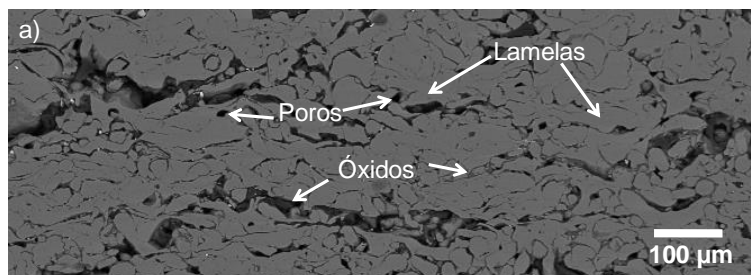


FONTE: Adaptado de Schiefler Filho, 2004.  
Em a) FS, b) ASP, c) HVOF e d) HVCW

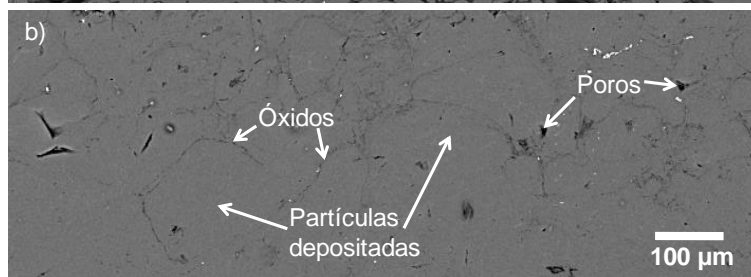
Na Figura 8 são mostrados dois revestimentos do trabalho realizado por Paredes (1998), no qual foi depositado alumínio pelos processos chama pó e HVOF. Nesta figura, é possível verificar as diferenças de morfologia, sendo indicadas pelas setas as particularidades de cada revestimento. Também é visto que o revestimento de HVOF apresenta porosidade bem menor que o revestimento de chama-pó, aproximadamente 90% menor e a aderência é aproximadamente 40% maior.

FIGURA 8 – REVESTIMENTOS DE ALUMÍNIO DEPOSITADOS POR ASPERSÃO TÉRMICA

**Alumínio por Chama pó**  
 Porosidade  $\approx 3,8\%$   
 Aderência  $\approx 17$  MPa



**Alumínio por HVOF**  
 Porosidade  $\approx 0,4\%$   
 Aderência  $\approx 30$  MPa



FONTE: Adaptado de Paredes (1998).

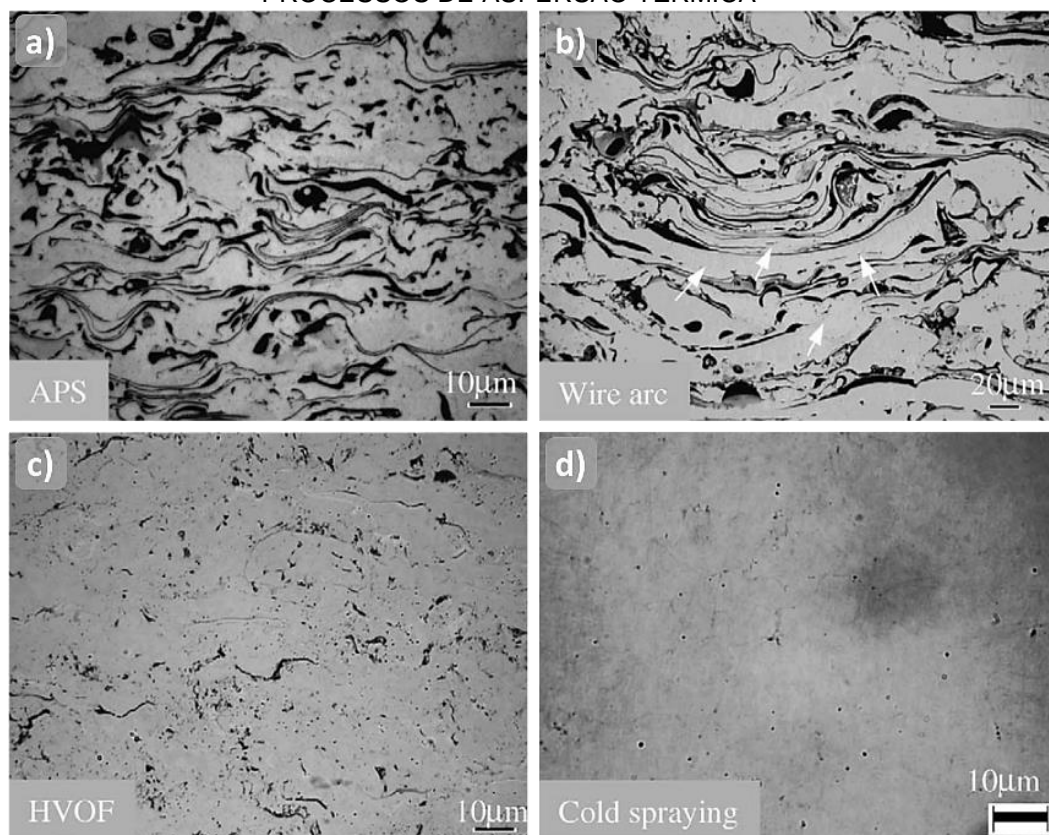
Em a) por chama pó e em b) por HVOF.

De uma forma geral, os revestimentos depositados por aspersão térmica, independente do processo, podem apresentar basicamente duas morfologias características:

- Estrutura lamelar, com partículas bem alongadas, típicas de alta molhabilidade, com óxidos interlamelares mais espessos, características normalmente observadas em revestimentos depositados por processos de baixa velocidade e alta temperatura de partícula, como FS, ASP, APS (Figura 9 (a) e (b)).
- Estrutura com partículas de baixa molhabilidade, óxidos interlamelares finos e baixa porosidade, características normalmente observadas em revestimentos depositados por processos de alta velocidade e baixa temperatura de partícula, como HVOF, Cold Spray e D-Gun (Figura 9 (c) e (d));

No trabalho de Sampath, et al., (2004), foram estudadas as diferenças morfológicas e de propriedades mecânicas de revestimentos de Ni5Al depositados por APS, ASP, HVOF e Cold Spray, neste trabalho os autores mostram que entre os processos testados existe uma grande diferença morfológica e de propriedades mecânicas, destacando a tensão residual positiva (trativa) para os processos APS e ASP e negativa (compressiva) para HVOF e Cold Spray. Neste trabalho também é possível identificar as morfologias características, apresentadas na Figura 9.

FIGURA 9 – MORFOLOGIAS DE REVESTIMENTOS ASPERGIDOS OBTIDAS POR DIFERENTES PROCESSOS DE ASPERSÃO TÉRMICA



FONTE: Adaptado de Sampath, et al., (2004).

Em (a) e (b) morfologias tipicamente lamelar; em (c) e (d) morfologias compactas

## 5.2 SHOT PEENING

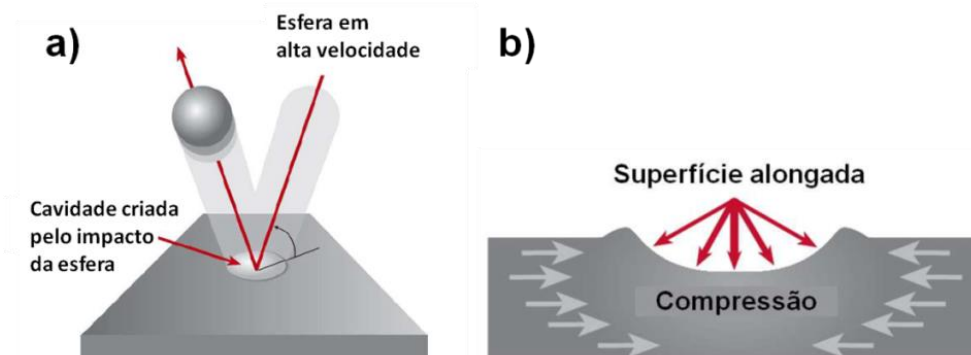
O processo de *shot peening*, segundo Rodrigues (2007), consiste basicamente no jateamento de esferas sobre a superfície da peça a ser tratada.

De modo mais específico, o jateamento por *shot peening* trata-se de um tratamento superficial de trabalho a frio, que utiliza-se de pequenas granalhas de aço, vidro ou cerâmica a serem propelidas com alta velocidade contra a superfície da peça a fim de induzir tensões residuais compressivas (BLODGETT, 2004).

Através da energia cinética das esferas, quando em contato com a superfície do material, as mesmas atuam como se fossem pequenos martelos provocando uma deformação plástica na camada superficial do material (COSTA, 2006). É importante destacar, que com o choque, a superfície da peça é então comprimida pela região adjacente a ela, e assim, consequentemente, gerando um estado de tensões superficiais

compressivas (RODRIGUES, 2007). A Figura 10 mostra esquematicamente as tensões induzidas por *shot peening*.

FIGURA 10 – DESENHO ESQUEMATICO DAS TENSÕES INDUZIDAS PELO *SHOT PEENING*



FONTE: Adaptado de MIC (2006).

Em a) demonstração do impacto da esfera sobre uma superfície;  
 Em b) distribuição de tensões após a aplicação do *shot peening*

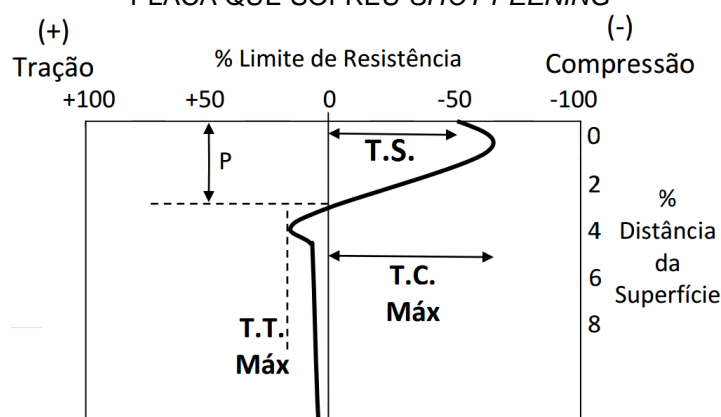
Estas tensões compressivas acabam aliviando as tensões trativas, se presentes no material, o que resulta em diversos benefícios na vida a fadiga dos componentes tratados (CLÁUDIO, *et al.*, 2008). A deformação plástica produzida pelo jateamento gera tensões residuais compressivas que reduzem a tensão média superficial e, portanto atrasam a iniciação e o crescimento de trincas de fadiga.

Quando o *shot peening* é aplicado sobre um revestimento depositado por aspersão térmica, inicialmente as tensões compressivas são absorvidas pela conformação das regiões contendo poros, fazendo com que haja redução de porosidade, não havendo somente redução de tensões residuais trativas, mas também compactação do revestimento. No trabalho de Junior, *et al.*, (2010), o *shot peening* melhorou a resistência a fadiga de revestimentos de WC-10Ni aplicados por HVOF, e ainda aumentou a resistência a fadiga de corpos de prova preparados com aço AISI 4340 com o mesmo revestimento, em 13,3%.

A compactação produzida pelo *shot peening* sobre revestimentos aspergidos, também significa, além da redução de porosidade, diminuição da rugosidade do revestimento, o que influencia no desempenho do revestimento, levando em conta que a superfície é a parte do revestimento que interage diretamente com o meio. No trabalho de Zhang, *et al.*, (2008), o *shot peening* sobre o revestimento de NiCrAlY depositado por Cold Spray, reduziu significativamente a rugosidade da condição de como aspergido, aproximadamente 55%, favorecendo a formação mais uniforme do filme de óxido de alumínio durante os ensaios de oxidação em elevada temperatura.

A Figura 11 apresenta um típico perfil do campo de tensões produzido pelo processo de *shot peening* e suas mudanças ao longo da profundidade do material. Observa-se que as tensões residuais compressivas apresentam-se restritas a uma fina camada superficial e que as tensões residuais de tração, que equilibram as tensões residuais compressivas, são de menor magnitude, porém estendem-se sobre um maior volume de material. Pode-se perceber também o forte gradiente de tensões existente na transição entre as regiões compressiva e trativa, o que aumenta ainda mais a necessidade do controle da profundidade e do sinal destas tensões.

FIGURA 11 – PRINCIPAIS CARACTERÍSTICAS DO PERFIL DE TENSÕES RESIDUAIS EM UMA PLACA QUE SOFREU *SHOT PEENING*



FONTE: Adaptado de Fischer; Vondracek (1987), *Apud* Scuracchio (2012).

Onde: T.S.(Tensão superficial: tensão residual medida exatamente na superfície do material); T.C. Máx (Tensão compressiva máxima: máximo valor da tensão residual compressiva, situada pouco abaixo da superfície); T.T. Máx(Tensão trativa máxima: máximo valor de tensão residual de tração) e P (Profundidade: camada compressiva determinada pelo ponto em que a tensão residual passa pelo ponto 0).

Através da realização do tratamento por *shot peening*, é perceptível uma melhoria nas propriedades mecânicas superficiais dos materiais. Segundo Scuracchio (2012), o tratamento em questão além de efetuar um encruamento na superfície do componente, ainda promove um aumento no limite de escoamento do material e na rugosidade final. Propriedades estas que influenciam significativamente na vida a fadiga dos componentes, na resistência a corrosão, e ainda, permite o controle dos parâmetros superficiais da peça como, rugosidade, porosidade, dureza, e eliminação de marcas de ferramenta (HIGOUNENC, 2005).

### 5.2.1 Variáveis operacionais de *shot peening*

Quando se realiza o jateamento por *shot peening* é importante levar em conta alguns fatores, uma vez que são eles que interferem no resultado final do tratamento: velocidade da granalha; pressão de jateamento; ângulo de ataque; distância de jateamento; tempo de exposição ao tratamento; tipos de granalha.

A velocidade das granalhas interfere diretamente no processo. Portanto, se aumentar a velocidade das esferas haverá um aumento na intensidade do tratamento, uma vez que as granalhas se chocam com mais força na superfície da peça (OLIVEIRA, 2011). Convém destacar que o fator velocidade pouco influi no valor final da tensão residual, no entanto, interfere de modo direto na profundidade da tensão compressiva (REGO, 2011).

A pressão com que as granalhas são propelidas, segundo estudo realizado por Oliveira (2011), interfere diretamente na profundidade das tensões residuais compressivas geradas no material, no entanto, não influencia nos valores da tensão residual máxima. Há um ponto máximo de pressão para o aumento da magnitude da tensão residual, ou seja, há um limite de pressão de jateamento e após essa pressão os valores de tensão residual menor serão na superfície dos componentes tratados. Isto é dado em função do relaxamento da rede que ocorre devido ao alto impacto das granalhas com a peça (OLIVEIRA, 2011).

O ângulo de ataque consiste no ângulo que é formado entre a direção do jato e o plano da superfície do material. Não se trabalha com ângulo de 90°, pois deste modo, as esferas ricocheteadas colidiriam com as incidentes, o que aumentaria o consumo de granalhas e diminuiria a eficiência do tratamento. No entanto, quanto maior o ângulo de ataque, maior será a intensidade do tratamento, uma vez que a componente vertical da força será maior quanto maior o ângulo (REGO, 2011).

A distância do jateamento é definida como a distância entre a saída do jato até a face do material. Sendo assim, quanto maior for esta distância, maior será a área do material submetida ao tratamento, no entanto, menor será a intensidade do ataque destas granalhas.

O parâmetro tempo operacional quando ligado ao tempo de jateamento segue a lógica do conceito de saturação. Ou seja, o quão maior for o tempo de exposição da peça ao jateamento, maior será a intensidade do mesmo, no entanto, isto se dá apenas até um determinado ponto, no caso, o ponto de saturação (REGO, 2011).



O ponto de saturação é definido como o ponto onde a intensidade do *shot peening* permanece a mesma ou varia de maneira insignificante. Normalmente, este ponto é atingido quando se foi coberto cerca de 98% do material (OLIVEIRA, 2011).

Dentre os parâmetros citados, pode-se destacar os relacionados ao tipo de granalha como sendo um dos mais importantes, principalmente no tocante a dureza, formato, dimensão e material da granalha escolhida.

O material da granalha deve apresentar uma dureza igual ou superior a do material da peça a ser exposta ao jateamento. Entretanto, quando a rugosidade (acabamento) da peça for um fator de projeto decisivo, poderá existir exceções (KRITZLER; WÜBBENHORST, 2002; *apud* REGO, 2011).

O formato das granalhas busca sempre ser o mais arredondado possível, ou seja, esférico, visando assim evitar a formação de arestas e descontinuidades acentuadas na superfície da peça. Pois, estas descontinuidades podem gerar concentradores de tensão, o que posteriormente afetará no sucesso do tratamento, bem como a dimensão da granalha, que consiste em um dos principais parâmetros do processo de *shot peening*. Visto que alterações no diâmetro influenciam na formação da tensão residual, intensidade do tratamento, rugosidade e vida a fadiga da peça (REGO, 2011).

Segundo Rego (2011), se as demais variáveis do processo são mantidas, o aumento da dimensão da granalha resultará em aumento da intensidade de jateamento e da profundidade da camada compressiva, mas também uma diminuição da área recobrida pelo jato. A alteração da dimensão da granalha impactará diretamente na distribuição das tensões residuais assim como na rugosidade da peça. Sendo o jateamento um processo de impacto, a superfície jateada sofre alterações microscópicas que serão de maior magnitude quanto maior a massa da granalha. Para materiais submetidos a altas tensões trativas, o aumento da dimensão fará com que a profundidade da camada compressiva aumente substancialmente. Na superfície, a tensão residual deve permanecer a mesma, porém o valor máximo da tensão residual compressiva assim como a sua profundidade irão aumentar.

A norma SAE J 2441, (2015), classifica as dimensões das granalhas. Na Tabela 3 é apresentada a nomenclatura e respectiva granulometria segundo a norma.

TABELA 3 – NOMENCLATURA E GRANULOMETRIAS DE PARTÍCULAS PARA *SHOT PEENING*

TIPO	TAMANHO	TIPO	TAMANHO
SAE S-650	1,68 – 1 41mm	SAE S-280	0,84 – 0,71mm
SAE S-460	1,41 – 1 19mm	SAE S-230	0,71 – 0,59mm
SAE S-390	1,19 – 1,00mm	SAE S-170	0,59 – 0,42mm
SAE S-330	1,00 – 0,84mm	SAE S-110	0,30 – 0,50mm

FONTE: Adaptado de SAE J 2441, (2015).

Em relação ao material das granalhas, as granalhas se dividem em materiais ferrosos e não ferrosos. Sendo as duas principais matérias-primas, as esferas de vidro (não ferrosas) e as granalhas de aço (ferrosas).

As esferas de aço fundido apresentam normalmente dureza entre 40 e 50 HRC, enquanto que esferas de ferro fundido são mais frágeis e apresentam valores entre 58 e 68 HRC (OLIVEIRA, 2011).

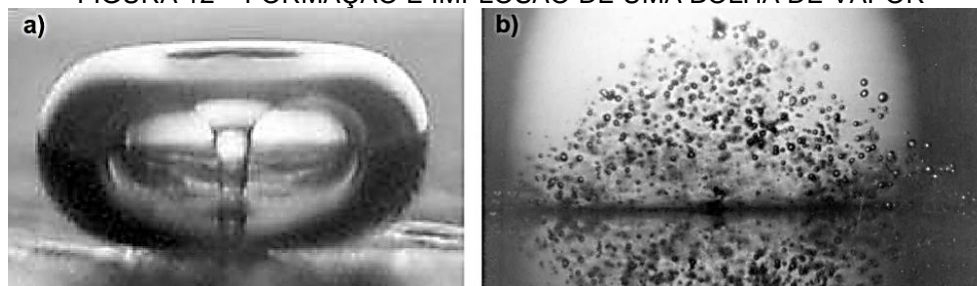
Vale ressaltar que como as granalhas são produzidas a partir de sucatas de materiais metálicos, e podem ser reutilizadas por 400 ciclos ou mais, recomenda-se que no mínimo 85% das granalhas estejam em boas condições, pois elas podem riscar a superfície da peça e apresentar uma não uniformidade no processo (REGO, 2011).

### 5.3 EROSÃO POR CAVITAÇÃO

Basicamente o efeito da cavitação é entendido como a sequência dos eventos de formação e colapso de bolhas, ou pacotes de vapor. A erosão por cavitação ocorre devido a concentração de energia em uma pequena área próxima ou no próprio local do colapso, ou seja, a concentração de energia gerada pelo colapso das bolhas de vapor nas paredes das pás de uma turbina é responsável por altas tensões localizadas que acabam excedendo os limites de resistência dos materiais (CALAINHO, *et al.* 1999).

O colapso de bolhas de vapor em um fluido ocorre após sua formação, devido à redução localizada da pressão, e condução posteriormente até uma região com pressão superior à pressão de vapor. Quando as bolhas migram para regiões de pressão superior à de vapor elas implodem gerando micro jatos de líquido e ondas de choque que causam a erosão da superfície (TOMÁS, 1986; RIBEIRO, 2007; PUKASIEWICZ, 2008), as Figura 12 e Figura 13 ilustram o fenômeno da cavitação.

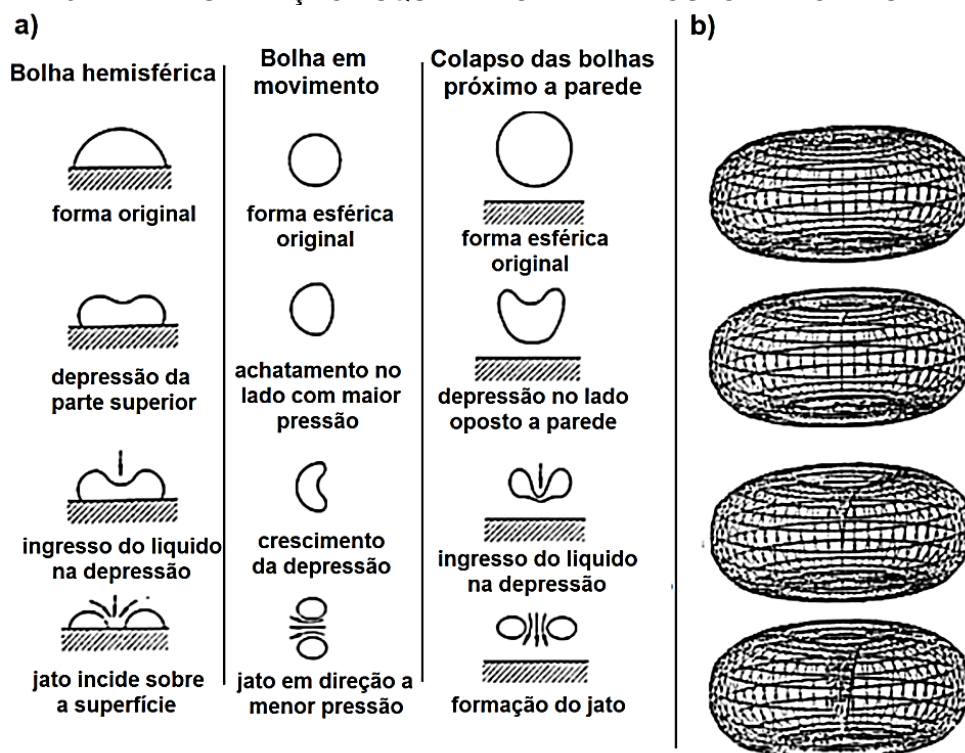
FIGURA 12 – FORMAÇÃO E IMPLOÇÃO DE UMA BOLHA DE VAPOR



FONTE: Adaptado de Sonosys (2014).

Em a) momento do colapso de uma bolha de vapor e a região de elevada pressão formada no centro;  
em b) formação e colapso das bolhas sob a ponta de um sonotrodo

FIGURA 13 – REPRESENTAÇÃO ESQUEMÁTICA DA IMPLOÇÃO DE BOLHAS DE VAPOR



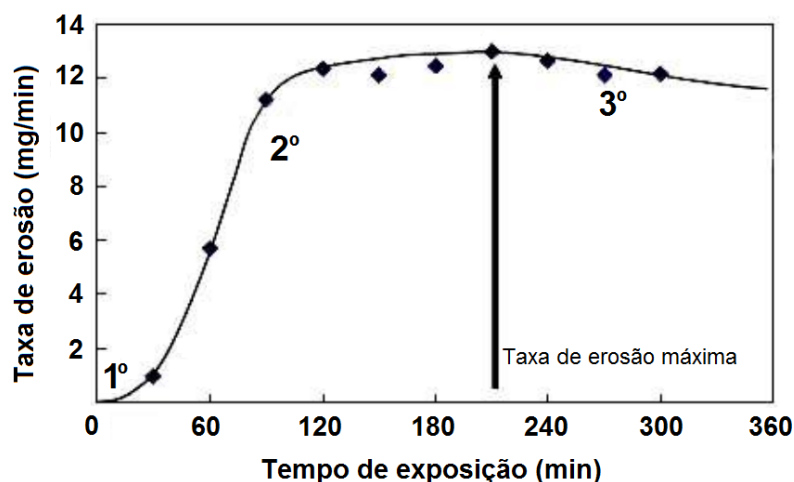
FONTE: Adaptado de Knapp; Hollander (1948), *apud* Allenstein, (2007).

Em (a) forma de colapso das cavidades. (b) Formação esquemática de micro jato

Segundo Wulpi (1999), a pressão causada sobre o metal na implosão da cavidade é estimada em centenas de atmosferas. De acordo com Calero, (2008), a velocidade do micro jato de líquido na implosão da bolha varia de 100 a 500 m/s.

A Figura 14 mostra um gráfico que representa os três estágios do processo de erosão de materiais dúcteis, quando expostos às forças resultantes do colapso das bolhas de vapor (ASTM G32, 2003).

FIGURA 14 – VISUALIZAÇÃO DOS DIFERENTES ESTÁGIOS DE PERDA DE MASSA NA CAVITAÇÃO



FONTE: Adaptado de Hattori *et al.*, (2003).

Cada estágio apresenta fenômenos característicos, referentes aos indicados na Figura 14, são eles:

- 1º. Chamado de período de incubação, nenhuma perda de massa é detectada ou a taxa de perda de massa é muito baixa se comparada ao segundo estágio, mas observam-se danos à superfície de metais dúcteis. Para materiais frágeis, ou uma estrutura suscetível como dos revestimentos aspergidos, não há a ocorrência deste período, e a perda de massa é observada desde o início, sendo a formação de trincas o principal mecanismo de perda de massa de materiais frágeis;
- 2º. Durante esta fase a taxa de erosão aumenta gradativamente, chegando a um valor máximo. Esta segunda fase ocorre devido ao material não absorver maior deformação, ocasionando a perda de massa. Em geral a perda de massa é mais intensa em regiões de elevada concentração de deformação, como contornos de grão, maclas e regiões que apresentam transformação de fase induzida por deformação. Na microestrutura de revestimentos aspergidos essa intensidade é devida às interfaces entre as lamelas, que muitas vezes são compostas por filmes finos de óxidos;
- 3º. Na terceira fase é observada uma diminuição gradativa na taxa de erosão do material em virtude da atenuação do impacto das bolhas pelo aumento da rugosidade superficial.

Entretanto, o perfil de perda de massa pode conter um maior número de estágios, dependendo da microestrutura apresentada. Por exemplo, o aço AISI 1045 nitretado submetido à deposição por vapor químico, apresentou regiões intermediárias entre o

período de incubação e o regime de máxima taxa de erosão, decorrente da presença de  $Cr_{1-x}N_x$ , promovendo um aumento efetivo da resistência à cavitação do substrato de AISI 1045 em virtude do aumento de nitrogênio em solução sólida e presença de  $Cr_{1-x}N_x$  residual (GODOY, *et al.*, 2006).

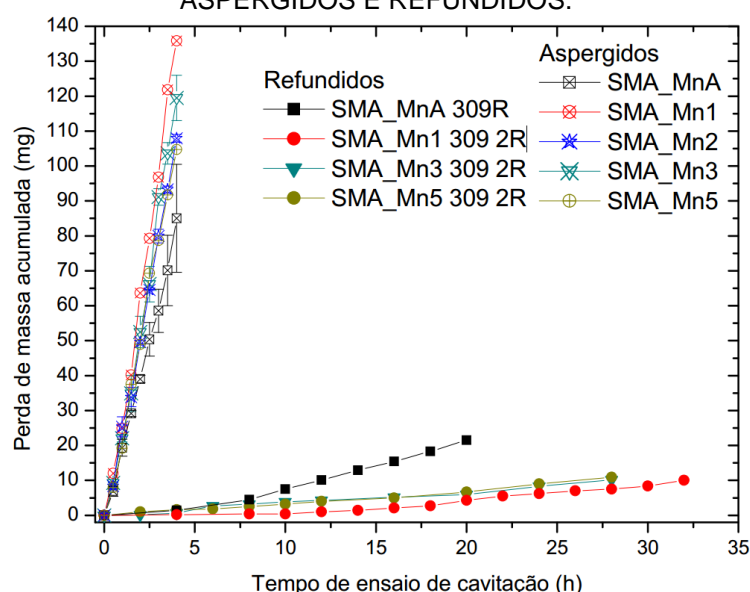
#### 5.4 CAVITAÇÃO EM REVESTIMENTOS ASPERGIDOS

Uma das vantagens dos revestimentos aspergidos é a garantia da integridade estrutural do material base, o que não ocorre em revestimentos soldados, que conforme dito anteriormente, devido às alterações metalúrgicas geradas pelo ciclo térmico imposto pelo processo é indesejado, pois o tratamento térmico após soldagem, que normalmente é aplicado para recuperar parcialmente alterações metalúrgicas, se torna uma prática inviável em alguns casos, por exemplo, em grandes rotores de turbinas hidráulicas.

Sendo assim, a aplicação e o estudo de revestimentos aspergidos resistentes à cavitação tem se mostrado de grande importância tecnológica, mesmo que o desempenho de revestimentos aspergido em ensaio de cavitação sejam inferiores quando comparados aos revestimentos soldados.

A Figura 15 mostra alguns resultados do trabalho de Pukasiewicz (2008), que permite comparar a grande diferença de perda de massa (erosão por cavitação) de revestimentos aspergidos pelo processo arco elétrico (ASP), com os mesmos revestimentos refundidos pelo processo de soldagem plasma PTA.

FIGURA 15 – COMPARAÇÃO DA RESISTÊNCIA À CAVITAÇÃO ENTRE OS REVESTIMENTOS ASPERGIDOS E REFUNDIDOS.

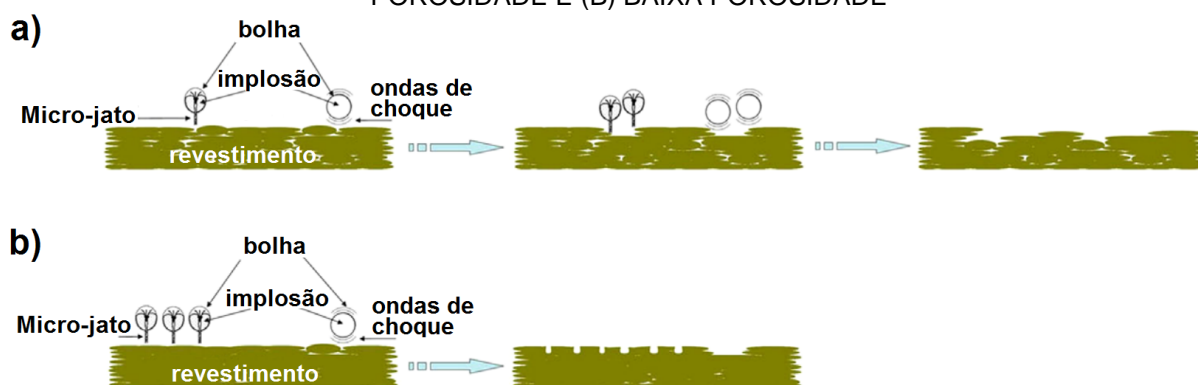


FONTE: Pukasiewicz, (2008).

No trabalho de Pukasiewicz (2008), a técnica de refusão foi realizada sobre o revestimento com o intuito de densificar e promover aderência por uma interface químico/metalúrgica entre o revestimento e o substrato, não apresentando fusão significativa do substrato ao nível de provocar tensões residuais elevadas.

No trabalho de Hou *et al.*, (2014), foi estudado o comportamento da erosão por cavitação de revestimentos em ambiente de água do mar. Os revestimentos foram aplicados por HVOF, com a pistola Diamond Jet 2700 da Sulzer Metco. Entre as ligas testadas estão: ZL101 (liga de alumínio), aço inoxidável 316, liga de NiCr e um cermet WC-17Co. O ensaio de cavitação seguiu a norma ASTM G32, porém com uma solução artificial de água do mar. Neste, é proposta uma ilustração esquemática (Figura 16) dos modos de falha induzida por erosão por cavitação considerando o comportamento e as características observadas nos seus experimentos.

FIGURA 16 – MODO DE FALHA DOS REVESTIMENTOS ASPERGIDO POR HVOF COM (A) ALTA POROSIDADE E (B) BAIXA POROSIDADE



FONTE: Adaptado de Hou *et al.*, (2014).

Para os revestimentos com elevada porosidade (Figura 16(a)), as partículas não fundidas ou parcialmente fundidas atrapalham a acomodação de partículas planas (panquecas) e permite a formação de poros, o que proporciona locais preferenciais para a nucleação de bolhas e, assim, fazendo com que aumente mais o colapso da bolha em torno dos poros. Enquanto isso, estas partículas não fundidas e parcialmente fundidas, com menor coesão com a estrutura, são susceptíveis de se soltarem preferencialmente sob ação do impacto repetido do micro-jato e/ou das ondas de choque geradas pela implosão das bolhas, o que dá origem a crateras com grandes dimensões. Por sua vez, mais bolhas serão geradas e em torno das crateras, resultando, assim, em mais danos por cavitação para os revestimentos (HOU *et al.*, 2014).

Para os revestimentos com baixa porosidade, apesar de uma pequena quantidade de partículas planas serem destacadas em torno dos poros, há fraturas dúcteis muito

graves, o que leva a danos visíveis dos revestimentos (Figura 16(b)). Para os revestimentos com alta dureza e baixa porosidade, dificilmente ocorre deformação plástica e somente algumas partículas planas são destacadas durante a cavitação (HOU *et al.*, 2014).

Atualmente não há uma grande quantidade de publicações de estudos sobre cavitação em revestimentos depositados por aspersão térmica chama com alimentação de pó (FS-pó), sendo uma delas o trabalho de Sang e Li, (1995), onde foram avaliadas ligas a base de níquel contendo cromo, boro e silício, porém na condição refundido por soldagem, seus resultados foram promissores, considerando que obtiveram menores taxa de erosão comparado a um aço inoxidável austenítico.

O processo chama-pó (FS) tem por característica uma microestrutura formada principalmente por partículas planas (panquecas) e pouca presença de partículas não fundidas ou parcialmente fundidas, e com dureza relativamente menor quando comparada ao mesmo material depositado por HVOF. Sendo assim, é possível prever que não serão formadas as grandes crateras por destacamento de partículas não fundidas ou parcialmente fundidas, conforme previsto nos mecanismos descritos na Figura 16(a), o qual facilita nuclear e acelerar o processo de cavitação.

## 5.5 PARAMETROS DE RUGOSIDADE

Uma determinada superfície pode ser representada por parâmetros de rugosidade, sendo estes calculados em duas dimensões (2D) ou em três dimensões (3D). Alguns trabalhos destacam a importância do estudo dos parâmetros de rugosidade em 3D (TEAGUE *et al.*, 1982; PANCEWICZ, MRUK, 1996; GADELMAWLA *et al.*, 2002), sendo um dos fatores que os diferenciam da rugosidade 2D é a possibilidade de analisar uma superfície que não apresente sentido preferencial de rugosidade, como riscos gerados em uma pista de desgaste de um sistema tribológico linear. Ou seja, a rugosidade tridimensional é mais representativa quando se analisa uma área cujas características da superfície são geradas por um desgaste do tipo erosivo sem sentido preferencial, como a cavitação.

Um conjunto de parâmetros de rugosidade permite caracterizar uma superfície, sendo que alguns são mais importantes que outros, dependendo da particularidade de cada aplicação (GADELMAWLA *et al.*, 2002). Nesta tese, serão abordados os parâmetros que permitem verificar o surgimento e a evolução nos picos e nos vales, bem como a

relação entre pico/vale, durante o processo de cavitação. Sendo assim, os parâmetros de rugosidade de interesse são: rugosidade média ( $S_a$ ), máxima altura de pico ( $S_p$ ), máxima profundidade de vale ( $S_v$ ), assimetria ( $S_{sk}$ ) e curtose ( $S_{ku}$ ).

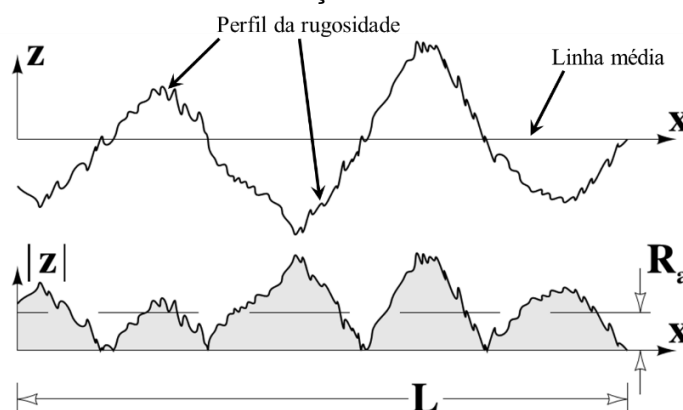
O emprego da sigla “S” vem do inglês *surface*, que significa superfície e é a letra usada para representar os parâmetros de rugosidade 3D, que o diferencia da sigla “R”, que vem do inglês *roughness*, que significa rugosidade e é a letra usada para representar os parâmetros de rugosidade 2D. Nas subseções seguintes são apresentados detalhes de cada um desses parâmetros, para fins de simplificação dos conceitos serão considerando os perfis em 2D, ou seja, serão apresentados as definições de rugosidade com a sigla “R”, sendo considerado que esses conceitos são aplicados também aos parâmetros de rugosidade em 3D.

Para o entendimento dos parâmetros de rugosidade é importante conhecer a definição de linha média, sendo esta utilizada como base para os cálculos dos outros parâmetros. A linha média está posicionada onde o perfil de rugosidade divide-se na metade da soma das áreas, ou seja, na altura em que a soma das áreas acima dela é igual à soma das áreas abaixo, ao longo do um comprimento de medição (GADELMAWLA, *et al.*, 2002; SILVA, 2014).

#### 5.5.1 Rugosidade média ( $R_a$ )

Segundo Stachowiak e Batchelor (2001),  $R_a$  representa a rugosidade média sobre um comprimento de amostragem, onde o efeito de apenas um pico ou vale hipotético (ex.: um risco) tem pequeno efeito sobre o resultado final. Uma definição mais completa é apresentada por Gadelmawla *et al.*, (2002), sendo  $R_a$  definido como desvio médio absoluto das irregularidades da rugosidade a partir de uma linha média sobre um comprimento de amostragem, como apresentado pela Figura 17.

FIGURA 17 – REPRESENTAÇÃO DA RUGOSIDADE MÉDIA  $R_a$



FONTE: Adaptado de Stachowiak e Batchelor (2001).



A definição matemática de  $R_a$  está descrita na equação 1 (STACHOWIAK, BATCHELOR, 2001).

$$R_a = \frac{1}{L} \int_0^L |z| dx$$

Equação 1.

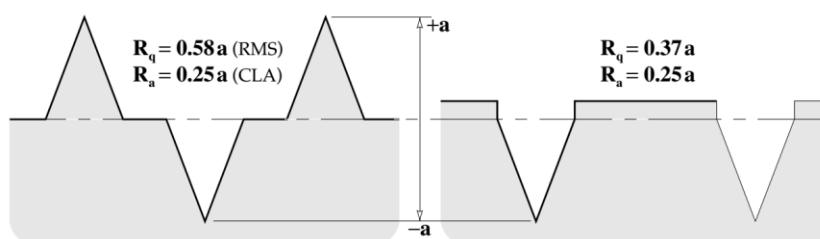
Onde:

$L$  : comprimento da amostragem (m);

$z$  : altura do perfil ao longo de 'x' (m).

No entanto, o parâmetro  $R_a$  apresenta uma desvantagem, pois é possível que dois valores sejam idênticos para superfícies com características totalmente diferentes. Sendo o valor de  $R_a$  diretamente relacionado com a área delimitada entre o perfil da superfície e a linha média, qualquer redistribuição do perfil da superfície não tem qualquer efeito sobre o seu valor. A Figura 18 mostra um desenho esquemático onde essa situação ocorre, pode ser observado que para dois valores diferentes de  $R_q$  (rugosidade RMS) o valor de  $R_a$  é o mesmo.

FIGURA 18 – EFEITO DO CÁLCULO DA MÉDIA SOBRE O VALOR DE  $R_a$



FONTE: Adaptado de Stachowiak e Batchelor (2001).

### 5.5.2 Máxima altura de pico ( $R_p$ )

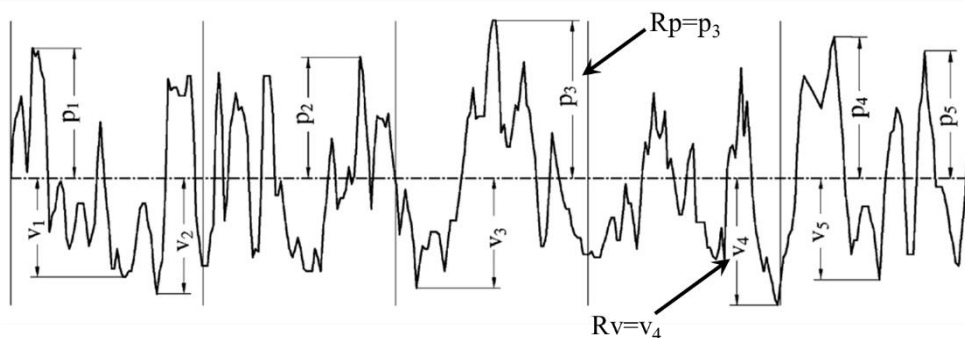
O parâmetro de rugosidade  $R_p$  é definido como a maior altura do perfil sobre a linha média dentro do comprimento avaliado. A Figura 19 apresenta esquematicamente o valor de  $R_p$ , no caso é representado pelo  $R_{p3}$  (GADELMAWLA *et al*, 2002).

### 5.5.3 Máxima profundidade de vale ( $R_v$ )

O parâmetro de rugosidade  $R_v$  é definido como a maior profundidade do perfil abaixo da linha média dentro do comprimento avaliado. A Figura 19 apresenta

esquemáticamente o valor de  $R_v$ , no caso é representado pelo  $R_{v4}$  (GADELMAWLA *et al*, 2002).

FIGURA 19 – REPRESENTAÇÃO ESQUEMÁTICA DOS VALORES DE  $R_p$  E  $R_v$

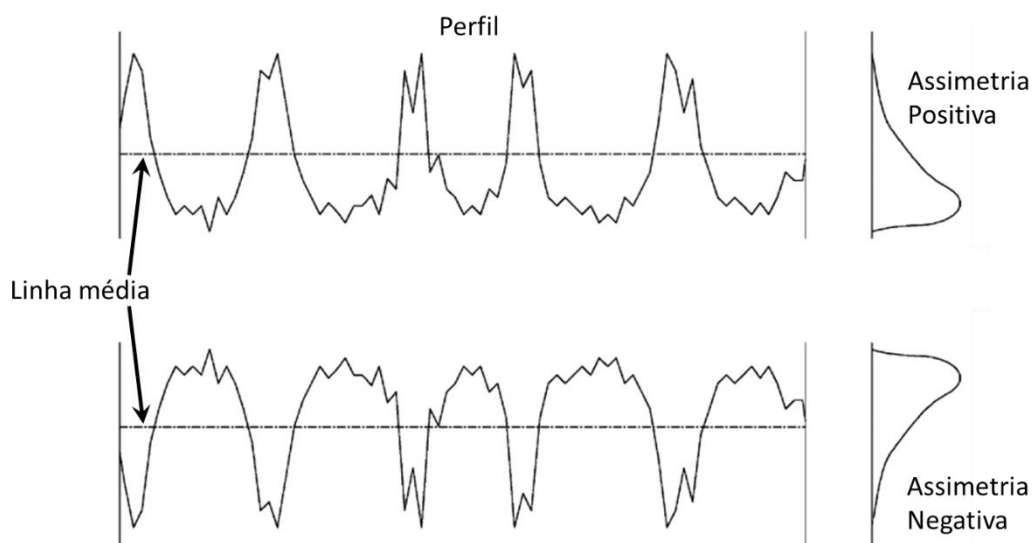


FONTE: Adaptado de Gadelmawla *et al*, (2002).

#### 5.5.4 Assimetria ( $R_{sk}$ )

A assimetria de um perfil é o terceiro momento central de uma função densidade de probabilidade de amplitude de um perfil. É usado para medir a assimetria de um perfil sobre uma linha média. Este parâmetro é sensível a vales profundos ou picos altos. Um perfil com distribuição de alturas simétrica, ou seja, com o mesmo número de picos como de vales, tem zero de assimetria. Perfis com picos removidos ou riscos profundos tem assimetria negativa. Perfis com vales preenchidos ou picos muito altos tem assimetria positiva (GADELMAWLA *et al.*, 2002). A Figura 20 apresenta dois perfis com características de assimetria positiva e negativa.

FIGURA 20 – REPRESENTAÇÃO ESQUEMÁTICA DA DEFINIÇÃO DE ASSIMETRIA ( $R_{sk}$ ) E RESPECTIVA CURVA DE DISTRIBUIÇÃO DE AMPLITUDE



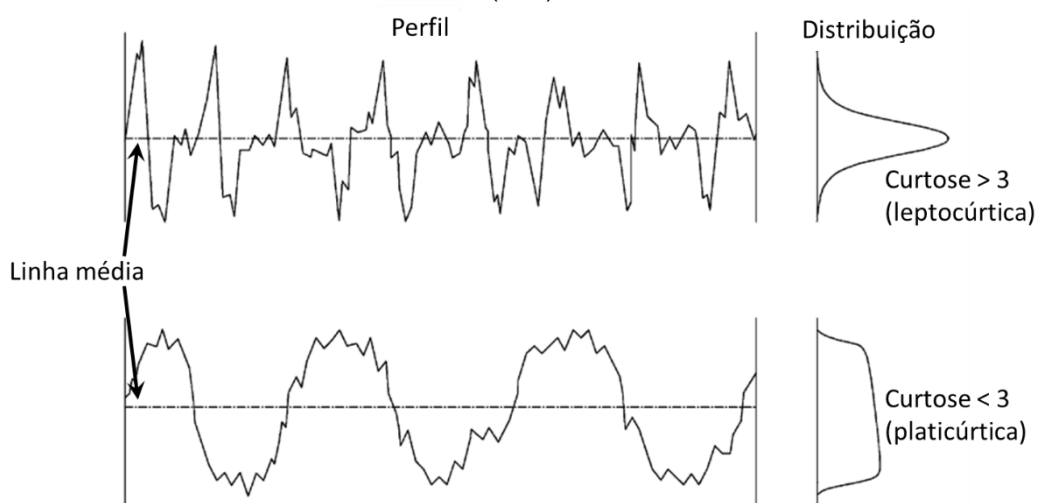
FONTE: Adaptado de Gadelmawla *et al*, (2002).

O parâmetro de assimetria  $R_{sk}$  é usado para diferenciar perfis com valores idênticos de outros parâmetros de rugosidade, por exemplo,  $R_a$ , mas com diferentes formas de perfis.

#### 5.5.5 Curtose ( $R_{ku}$ ).

O coeficiente de curtose é o quarto momento central de uma função densidade de probabilidade de amplitude de um perfil. Descreve o formato da probabilidade de densidade do perfil. Se  $R_{ku} < 3$  a distribuição da curva é dita ser platicúrtica e tem relativamente poucos picos altos e poucos vales profundos. Se  $R_{ku} > 3$  a distribuição é dita ser leptocúrtica e tem relativamente muitos picos altos e muitos vales profundos (GADELMAWLA *et al.*, 2002). A Figura 21 apresenta dois perfis com características diferentes de curtose.

FIGURA 21 – REPRESENTAÇÃO ESQUEMÁTICA DA DEFINIÇÃO DO PARÂMETRO DE CURTOSE ( $R_{ku}$ )



FONTE: Adaptado de Gadelmawla *et al.*, (2002).

O parâmetro curtose  $R_{ku}$  também é usado para diferenciar perfis com valores idênticos de outros parâmetros de rugosidade, por exemplo,  $R_a$ , mas com diferentes formas de perfis. Por exemplo, os perfis da Figura 21 têm o mesmo  $R_a$ , porém com  $R_{ku}$  diferentes (GADELMAWLA *et al.*, 2002).

## 6 MATERIAIS E MÉTODOS

### 6.1 DEPOSIÇÕES POR ASPERSÃO TÉRMICA

A preparação dos revestimentos para o estudo da erosão por cavitação segue pela seleção da liga utilizada nos revestimentos, até a otimização dos processos de aplicação desta liga.

Foram estudados dois revestimentos com características de porosidade e teor de óxidos similares, porém com morfologias diferentes, obtidos por dois processos de aspersão térmica: FS-pó e HVOF. Para cada processo foi necessário um estudo prévio, com o objetivo de otimizar os parâmetros de deposição para produzirem revestimentos com características que apresentem as melhores condições de morfologia, ou seja, menor porosidade e fração de óxidos.

Os subitens a seguir apresentam o material selecionado para os revestimentos e os procedimentos de aspersão térmica utilizados.

#### 6.1.1 Seleção da matéria-prima

A matéria prima escolhida para os revestimentos deste estudo é a liga a base de ferro Fe-Mn-Cr-Si-B de microestrutura austenítica. É derivada de uma liga desenvolvida por Pukaszewicz (2008), de composição química baseada nas ligas SMA (*Shape Memory Alloys* – Ligas com memória de forma), inicialmente na forma de arame, para ser depositada pelo processo arco elétrico (ASP). A liga apresenta ótimo desempenho na resistência à cavitação, tanto na condição refundida como quando aplicada somente por aspersão térmica. A liga utilizada nesta pesquisa está na forma de pó, produzida por atomização em argônio, apresentando morfologia esférica com presença de partículas satélites (Figura 22), de composição química descrita na Tabela 4.

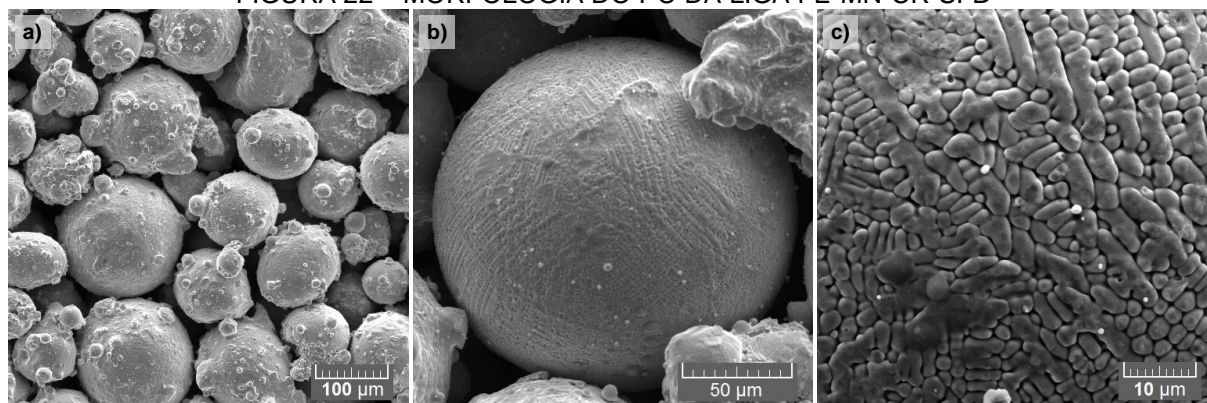
TABELA 4 – COMPOSIÇÃO QUÍMICA NOMINAL DA LIGA (% EM PESO)

Liga	Fe	C	N	Mn	Cr	Si	B
Fe-Mn-Cr-Si-B	Res	0,1 - 0,2	0,25 - 0,35	14 - 16	14 – 16	3 - 3,5	0,15 - 0,25

FONTE: O autor (2016).

A Figura 22 mostra a morfologia do pó da liga, onde é observado em (a) e (b) a forma esférica resultante do processo de atomização em argônio, bem como a presença de pequenas partículas (satélites) pressas ao redor de partículas maiores, em c) é visto a microestrutura dendrítica das partículas.

FIGURA 22 – MORFOLOGIA DO PÓ DA LIGA FE-MN-CR-SI-B



FONTE: O autor (2016).

Em (a) pó contendo partículas saltélites, em (b) detalhe de uma partícula esférica, em (c) detalhe da microestrutura dendrítica de (b).

É importante destacar que uma das principais características deste tipo de liga com memória de forma é a transformação martensítica induzida por deformação, a qual vem sendo estudada na forma estrutural, como material alternativo para componentes a fim de retardar a erosão por cavitação (CHANG *et al.*, 1995; WANTANG *et al.*, 1997; LIU *et al.*, 2003; WANG e ZHU, 2003; BLIZNUK *et al.*, 2004; WANG e ZHU, 2004a, 2004b; YUPING *et al.*, 2007; KIM *et al.* 2008). O funcionamento esperado para este material é: absorção da energia liberada pela implosão das bolhas (cavitação) pelo material através da transformação da fase austenita em martensita (encruamento); aumento da resistência mecânica superficial; sucessão de implosões continua gerando esforços sobre essa camada transformada; perda de massa por erosão da área encruada; exposição de uma nova camada austenítica à energia liberada pela implosão das bolhas; reinício do ciclo de transformação de fase e erosão.

As duas granulometrias utilizadas foram separadas por peneiramento, sendo para FS-pó partículas abaixo da peneira com abertura de malha de 63 µm e acima da peneira com abertura de malha de 45 µm (granulometria -63+45 µm) e para HVOF foi utilizado todas as partículas abaixo da peneira com abertura de malha 63 µm (granulometria -63 µm). As faixas granulométricas utilizadas são justificadas nos estudos apresentados nos APÊNDICES I e II.

### 6.1.2 Deposições por Aspersão Térmica HVOF e FS-pó

O revestimento da liga Fe-Mn-Cr-Si-B depositado por HVOF teve seu procedimento de deposição otimizado e publicado na Revista Soldagem & Inspeção, volume 20, número 2, edição de abril/junho de 2015 (SUCHARSKI; et al, 2015a).

Neste trabalho foi utilizado o planejamento experimental de Taguchi com o arranjo ortogonal L9, onde é possível estudar 4 fatores com 3 níveis. A caracterização foi em função da porosidade, teor de óxidos e microdureza. A análise microestrutural da seção transversal foi feita com microscopia eletrônica de varredura (MEV). Os resultados indicaram que todos os fatores exerceram influência significativa sobre as propriedades medidas, sendo a liga o fator mais influente, seguido da pressão do gás de arraste, distância e taxa de alimentação. Foi realizado um experimento de confirmação, sendo aplicado o conjunto de parâmetros sugerido pelo planejamento. Foi observada uma grande melhoria no revestimento para todas as propriedades estudadas. Detalhes deste trabalho podem ser consultados no APÊNDICE I.

O revestimento da liga Fe-Mn-Cr-Si-B depositado por FS-pó também teve seu procedimento de deposição otimizado a fim de obter características similares às obtidas com o HVOF. Para este caso foi realizado um estudo focado em reduzir o teor de óxidos no revestimento, tendo como principal fator a influência dos fluxos dos gases de combustão. Foram testadas diversas combinações de parâmetros, granulometria do pó, fluxo do gás de arraste e distância de deposição. As análises foram direcionadas a quantificação da porosidade e no teor de óxidos que, para este processo, apresentam normalmente valores significativamente maiores quando comparados aos revestimentos obtidos por HVOF.

Foi observado que a granulometria do pó, a relação de combustão (combustível/comburente), bem como o fluxo total dos gases da mistura de combustão, exerce influência significativa sobre o teor de óxidos no revestimento. Detalhes deste trabalho podem ser consultados no APÊNDICE II. Este estudo permitiu obter um revestimento depositado por FS-pó com as características (porosidade e oxidação) similares com às obtidas no revestimento depositado por HVOF. Ou seja, os valores de porosidade e teor de óxidos foram considerados similares para os dois processos (FS-pó e HVOF) e significativamente baixos, comparados com os valores observados durante os pré-testes.

A Tabela 5 apresenta os parâmetros definidos após a otimização de ambos os processos, sendo estes os parâmetros utilizados nas deposições dos revestimentos estudados.

TABELA 5 – PARÂMETROS DE PROCESSO OTIMIZADOS E UTILIZADOS NOS REVESTIMENTOS ESTUDADOS

Processo	HVOF	FS-pó
Modelo da pistola	DJ 2700 – Metco	6PII – Metco
Modelo do alimentador de pó	5MPE-HP	5MPE
Pressão de Oxigênio	150 PSI	40 PSI
Fluxo de Oxigênio	30 FMR	50 SCFH
Pressão do Propileno	90 PSI	---
Fluxo de Propileno	36 FMR	---
Pressão do Acetileno	---	15 PSI
Fluxo de Acetileno	---	50 SCFH
Pressão de Ar Comprimido	110 PSI	60 PSI
Fluxo de Ar Comprimido	46 FMR	---
Pressão Gás de Transporte (N <sub>2</sub> )	150 PSI	48 PSI
Fluxo de Gás de Transporte	30 FMR	20 SCFH
Taxa de Alimentação do pó (g/min)	45	30
Distância de deposição (mm)	250	200

FONTE: O autor (2016).

### 6.1.3 Tratamento por *shot peening*

Os parâmetros de processo de *shot peening* a serem utilizados são baseados nos resultados apresentados nos relatórios técnicos desenvolvidos por Váz *et al.*, (2014a e b), descritos no APÊNDICE III e no trabalho publicado pelo autor desta tese e colaboradores apresentado no APÊNDICE IV (SUCHARSKI, *et al.*, 2015b), onde foram otimizados para redução de porosidade e rugosidade sobre revestimentos depositado por HVOF.

No trabalho de Váz *et al.*, (2014a), o processo de *shot peening* foi controlado e permitiu conhecer a influência dos parâmetros de processo sobre a porosidade e a dureza, bem como o efeito da granulometria da granalha sobre a rugosidade.

A Tabela 6 apresenta os parâmetros otimizados que foram utilizados para os tratamentos de *shot peening*.

TABELA 6 – PARÂMETROS OTIMIZADOS DE *SHOT PEENING* PARA TRATAMENTO DOS REVESTIMENTOS DEPOSITADOS POR HVOF E CHAMA-PÓ

Parâmetro	Valor
Ângulo de ataque	90°
Pressão do ar comprimido	40 psi
Distância de aplicação	25 cm
Tempo	20 s
Granalha esférica de aço	S-110 ( $\varnothing \approx 0,4$ mm)

FONTE: O autor (2016).

O tratamento por *shot peening* foi realizado sobre corpos de prova obtidos a partir do corte das chapas revestidas. Os efeitos do *shot peening* foram avaliados em função das alterações morfológicas, como redução de porosidade (compactação do revestimento) e rugosidade (acabamento superficial), bem como seu efeito no desempenho no teste de cavitação. Também foi avaliada a ocorrência de transformação metalúrgica, pois é previsto que haja transformação martensítica com o tratamento de *shot peening*, devido à liga ser austenítica e susceptível a transformação de fase por deformação, no entanto é esperado que este fenômeno seja mínimo, pois as transformações de fase devem ocorrer durante os esforços mecânicos induzidos pela cavitação.

Portanto, os parâmetros utilizados foram selecionados para uma baixa intensidade de *shot peening*, a fim de não haver um aumento significativo de martensita na microestrutura, apenas redução de porosidade e acabamento de baixa da rugosidade.

## 6.2 CARACTERIZAÇÃO DOS REVESTIMENTOS

Para a caracterização dos revestimentos foram realizadas as seguinte análises:

- Morfologia da estrutura lamelar por microscopia eletrônica de varredura (MEV);
- Morfologia da superfície por MEV e microscopia confocal.
- Quantificação de poros e óxidos por análise de imagens;
- Mapeamento da distribuição dos elementos químicos por espectrometria de energia dispersiva (EDS);
- Ensaio de aderência.



Para a realização das análises microestruturais foram preparadas amostras metalográficas, começando pelo corte das amostras, seguindo por embutimento, lixamento e polimento, conforme método I sugerido pela norma ASTM E1920 (2008).

A morfologia das superfícies foi caracterizada nas condições iniciais antes dos ensaios de cavitação, ou seja, nas condição polida e após *shot peening*, tanto por MEV como por microscopia confocal. Essas análises seguiram sendo executadas durante a realização dos ensaios de cavitação.

Para o mapeamento da distribuição da composição química na microestrutura foi utilizada a técnica de mapeamento por EDS. Nesta técnica, foi realizada uma série de varreduras de EDS sobre uma determinada área, sendo associado uma cor a cada elemento permitindo assim visualizar a distribuição dos elementos nesta área, ou seja, foi possível mapear a área analisada em função dos elementos presentes na microestrutura.

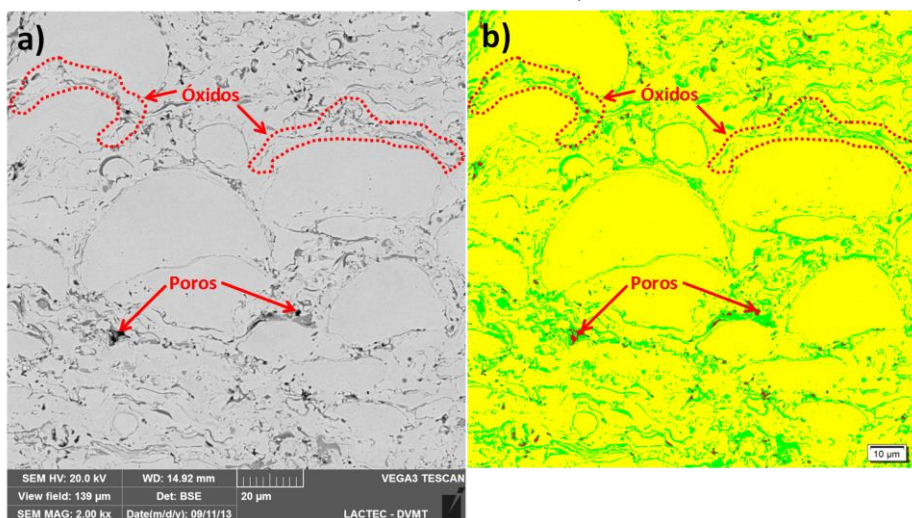
#### 6.2.1 Análise da Fração de Área de Óxidos e Poros

A análise para quantificar o percentual de poros e fração em área de óxidos foram realizadas nas imagens de tons de cinza obtidas por MEV convertidas para 8 bits. Esta análise seguiu o método de teste B da norma ASTM E2109 (2014).

Com a definição de cada microconstituente através da técnica *threshold*, onde é possível associar uma cor distinta para cada intervalo de tons de cinza respectivo aos poros, óxidos e fase metálica, calculou-se a fração em área de cada cor na imagem. Nesta técnica, utilizaram-se imagens da seção transversal. Neste trabalho foram usadas imagens com ampliações de 500x para quantificação da fração de óxidos e 2000x para porosidade. As medições foram realizadas em 8 imagens para cada revestimento. Para este procedimento foi utilizado o *software* de análise de imagens Analysis do fabricante Olympus.

A Figura 23 mostra um exemplo de identificação dos microconstituintes na microestrutura (a) e a aplicação do *threshold* sobre cada tonalidade de cinza referente aos óxidos, poros e metal (b).

FIGURA 23 – EXEMPLO DE APLICAÇÃO DO MÉTODO DE MEDIÇÃO DE POROSIDADE E TEOR DE ÓXIDOS NA MICROESTRUTURA DO REVESTIMENTO, CONFORME NORMA ASTM E2109



FONTE: O autor (2016).

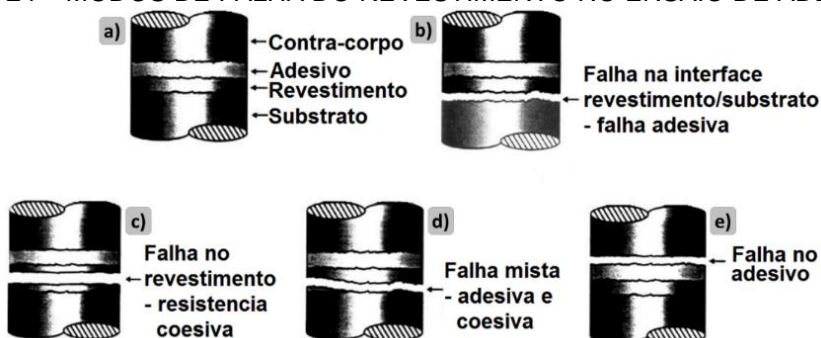
Em (a) imagem por MEV-BSE em escala de cinza 8 bit; em (b) mesma imagem de a) após aplicação da técnica de threshold, sendo a cor vermelho os poros, verde os óxidos e amarelo o metal

## 6.2.2 Ensaio de aderência

Uma das técnicas de avaliação quantitativa para revestimentos aspergidos é a análise da aderência dos revestimentos, ensaio este que segue a norma ASTM C633 (2008), a qual descreve um método de ensaio destrutivo para revestimentos de aspersão térmica, onde um corpo de prova revestido é colado a um contra-corpo de mesma dimensão, não revestido, e puxado com auxílio de uma máquina tração. A avaliação é feita a partir da tensão necessária para o rompimento das amostras coladas e do local onde ocorre a separação das mesmas.

A Figura 24 apresenta esquematicamente as formas de falha que podem ocorrer no ensaio de aderência.

FIGURA 24 – MODOS DE FALHA DO REVESTIMENTO NO ENSAIO DE ADERÊNCIA



FONTE: O autor (2016).

O corpo de prova antes do ensaio apresenta a montagem da Figura 24 (a); a análise do local do rompimento permite definir o tipo de falha, que pode ser: adesiva, quando a ruptura do corpo ocorre na interface revestimento/substrato (Figura 24(b)); coesiva, que ocorre entre as lamelas (camadas) do próprio revestimento (Figura 24(c)); mista, que ocorre uma mistura da falha adesiva e coesiva (Figura 24(d)); falha no adesivo, rompimento na interface com o corpo de prova sem revestimento, indicando que a adesão e coesão ficaram acima do limite do adesivo (Figura 24(e)).

Quando ocorre falha prematura, ou seja, com uma tensão abaixo da esperada, na região do adesivo indica que o problema pode estar na preparação superficial, ou no processo de cura da cola. Já no caso de uma falha prematura da forma coesiva é coerente se dizer que o problema ocorreu principalmente devido aos parâmetros de processo ou problema da liga.

A cola utilizada para preparação dos corpos de prova para o ensaio de aderência foi a HTK Ultrabond 100, que apresenta alta resistência à tração, chegando a valores próximos de 100 MPa, segundo o fabricante. Esta cola exige um processo de cura à quente, 200 °C durante 30 minutos.

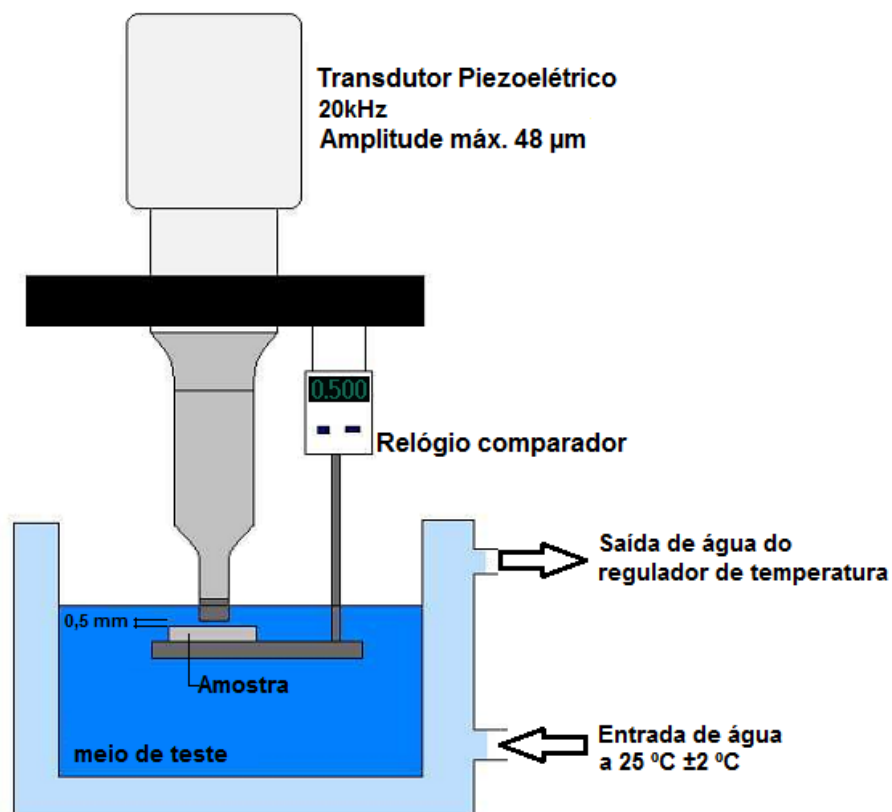
Para cada condição de revestimento (FS-pó e HVOF, com e sem *shot peening*), foram feitas 3 repetições do teste de aderência. O processo de colagem das amostras foi realizado utilizando um gabarito, onde é possível posicionar alinhadamente 4 corpos de prova.

### 6.3 ENSAIO DE EROSÃO POR CAVITAÇÃO

O equipamento para o ensaio de erosão por cavitação foi o QSONICA SONICATOR ULTRASONIC PROCESSOR modelo Q700, disponibilizado pelo Laboratório de Aspersão Térmica e Soldagens Especiais – LABATS da Universidade Federal do Paraná. Para o controle da temperatura da água foi utilizado o BANHO TERMOSTÁTICO DIGITAL MQBMP-01 da MICROQUÍMICA.

Optou-se pelo teste de cavitação indireta, o qual facilita o posicionamento do corpo de prova em relação ao sonotrodo, pois não há necessidade de acoplar um ao outro. Os ensaios foram realizados conforme parâmetros estabelecidos na norma ASTM G32 (2003). A Figura 25 mostra o desenho esquemático da execução dos ensaios de cavitação.

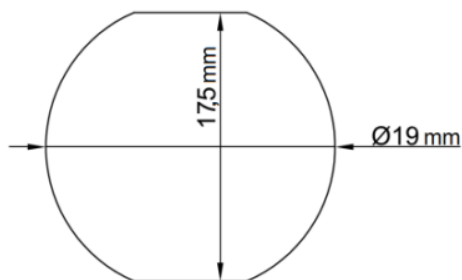
FIGURA 25 – REPRESENTAÇÃO ESQUEMÁTICA DO ENSAIO DE CAVITAÇÃO ACELERADA



FONTE: O autor (2016).

A ponta de sacrifício do sonotrodo tem a geometria apresentada na Figura 26 e tem área da superfície de aproximadamente 276,1 mm<sup>2</sup>. A ponteira sugerida pela norma ASTM G32 possui 15,9 mm de diâmetro e área de 198,5 mm<sup>2</sup>. Como as áreas cavitadas com as duas ponteiros são diferentes os resultados de perda de massa não podem ser comparados diretamente.

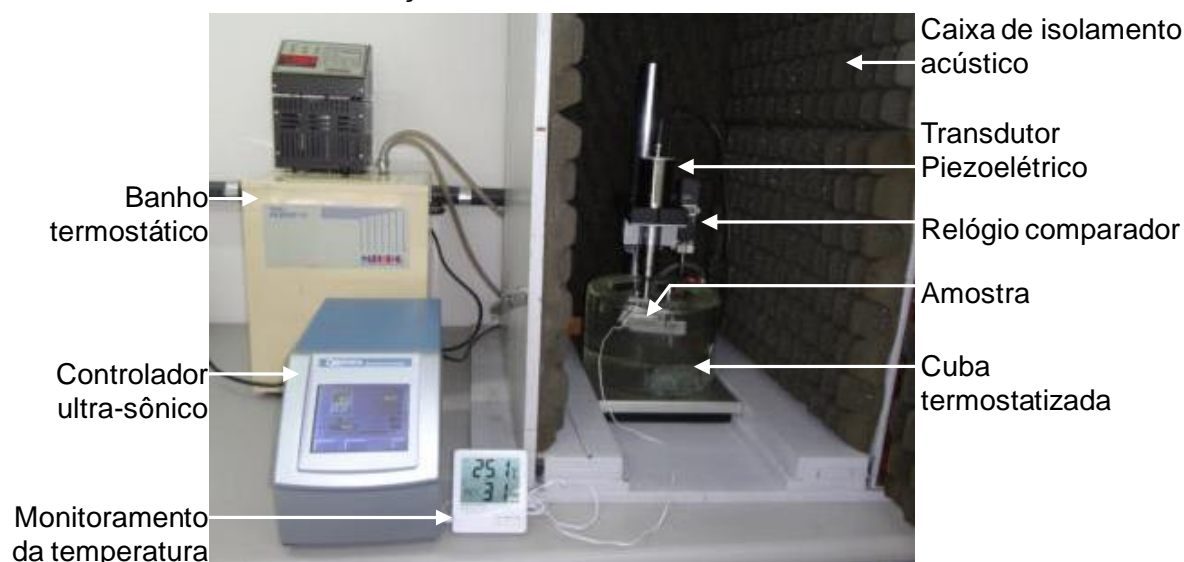
FIGURA 26 – FORMATO E DIMENSÕES DA PONTEIRA DE SACRIFÍCIO



FONTE: O autor (2016).

Os ensaios foram realizados na bancada de ensaio de cavitação do Laboratório de Desenvolvimento e Caracterização de Revestimentos e Soldagem – REVSOLDA (Figura 27).

FIGURA 27 – DISPOSIÇÃO DOS ELEMENTOS QUE COMPÕEM A BANCADA DE ENSAIO DE CAVITAÇÃO DO LABORATÓRIO REVSOLDA



FONTE: O autor (2016).

### 6.3.1 Planejamento experimental para o ensaio de cavitação

Os ensaios de cavitação foram realizados sobre os revestimentos de HVOF e FS-pó com e sem tratamento por *shot peening*. Os intervalos de medição de variação de massa foram a cada 30 minutos, sendo que os primeiros 30 minutos de ensaio os intervalos foram de 10 minutos e nos primeiros 5 minutos a cada 1 minuto.

Este planejamento permitiu o acompanhamento do início da erosão por cavitação, sendo possível caracterizar o estágio inicial da perda de massa, permitindo a localização e caracterização dos pontos onde se dá o início da erosão.

A Tabela 7 mostra em detalhes como foi organizado o ensaio de cavitação, sendo cada tempo de ensaio representado por um teste, variando do teste 01 até 23. Também mostra qual tipo de análise foi feita em cada teste.

TABELA 7 - PLANEJAMENTO DOS ENSAIOS DE CAVITAÇÃO E CARACTERIZAÇÕES

Teste	Intervalo entre as medições	Tempo de ensaio (min)	Medição de massa	Morfologia por MEV	Fases por DRX	Perfilometria Confocal
01	1 minuto	0	✓	✓	✓	✓
02		1	✓	✓	✓	✓
03		2	✓	✓	✓	✓
04		3	✓	✓	✓	✓
05		4	✓	✓	✓	✓
06		5	✓	✓	✓	✓
07	10 minutos	10	✓	✓	✓	✓
08		20	✓	✓	✓	✓
09		30	✓	✓	✓	✓
10	30 minutos	60	✓	✓	✓	✓
11		90	✓	---	---	---
12		120	✓	✓	✓	✓
13		150	✓	---	---	---
14		180	✓	---	---	---
15		210	✓	✓	✓	✓
16		240	✓	---	---	---
17		270	✓	---	---	---
18		300	✓	✓	✓	✓
19		330	✓	---	---	---
20		360	✓	---	---	---
21		390	✓	---	---	---
22		410	✓	✓	✓	✓
23		440	✓	---	---	---

✓ : executado; --- : não executado.

FONTE: O autor (2016).

### 6.3.2 Medição de massa

Para as medições de variação da massa dos corpos de prova ao longo do ensaio de cavitação foi utilizado uma balança METTLER TOLEDO AL204 de precisão 0,1 mg.

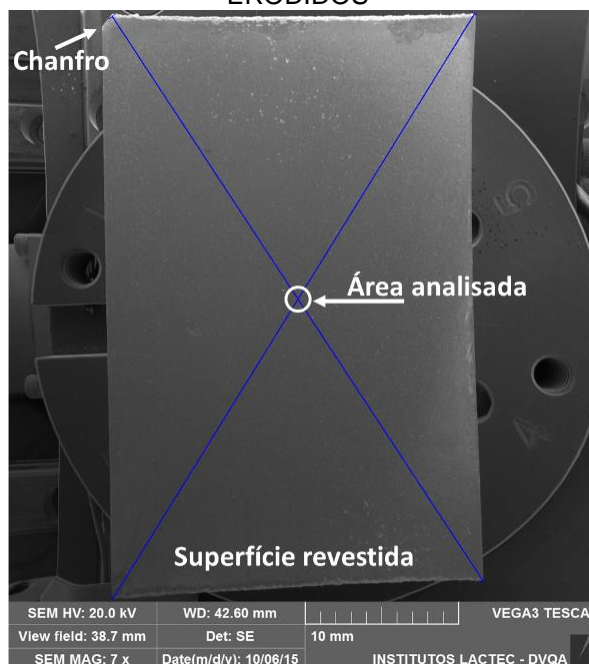
Para cada teste foram realizados 5 medições, ou até conseguir 4 resultados com desvio padrão  $\leq 0,0003$  g. Sendo que a cada medição a balança era re-calibrada com um peso padrão de 200,0000g.

### 6.3.3 Morfologia da área erodida

A superfície erodida dos revestimentos foi analisada por microscopia eletrônica de varredura (MEV) com tensão de aceleração de 20 kV, altura de 15 mm e com os detectores BSE (elétrons retroespalhados) e SE (elétrons secundários).

Para conseguir acompanhar o mesmo ponto de análise durante os testes de cavitação, foi desenvolvida uma forma de localização nos corpos de prova, sendo feito um pequeno chanfro em um dos cantos, permitindo posicioná-los sempre da mesma forma, daí o ponto analisado sempre foi na intersecção das diagonais (Figura 28).

FIGURA 28 – EXEMPLO DE COMO FOI LOCALIZADO A MESMA ÁREA NOS CORPOS DE PROVA ERODIDOS



FONTE: O autor (2016).

#### 6.3.4 Análise de fases

Com a técnica de difração de raios X (DRX) foi possível identificar as fases presentes na microestrutura dos revestimentos, bem como nos pós utilizados como matéria prima. Também foi possível calcular a fração volumétrica das fases presentes nos revestimentos estudados. A Tabela 8 apresenta os parâmetros utilizados nas análises por DRX.

TABELA 8 – PARÂMETROS UTILIZADOS NAS ANÁLISES POR DRX

<b>Alvo</b>	Cu K $\alpha$ ( $\lambda = 0,15406$ nm)
<b>Tensão</b>	40 kV
<b>Corrente</b>	20,0 mA
<b>Movimentação do eixo</b>	$\theta - 2\theta$
<b>Faixa de varredura</b>	30° à 105°
<b>Velocidade de varredura</b>	0,3 °/min
<b>Amostragem (step)</b>	0,02°
<b>Modo de varredura</b>	Contínua

FONTE: O autor (2016).

O acompanhamento de transformação de fase foi realizado por análises de DRX no centro da superfície da região erodida. As fases foram identificadas com as cartas de análises de picos de difração ( $2\theta$ ): carta JCPDS (Joint Committee on Powder Diffraction Standards) 34 – 0396, que representa a fase martensítica ( $\alpha'$ -Fe), com estrutura cristalina cúbica de corpo centrado (CCC); carta JCPDS 33 – 0397, que representa a fase austenítica ( $\gamma$ -Fe), de estrutura cristalina cúbica de face centrada (CFC).

As análises preliminares mostraram que, tanto os pós como os revestimentos, são materiais compostos somente pelas fases  $\gamma$ -Fe (austenita) e  $\alpha'$ -Fe (martensita). O método adotado para calcular o volume dessas fases foi o de intensidade relativa de 100% dos picos mais intensos de austenita e martensita, nesta considera-se que o material analisado não possui efeito de texturização. As equações (2) e (3) se referem a este método de análise semi-quantitativo, também utilizado nos trabalhos de Leem, et al., (2001), Gracioso (2003), Song, Rong, Li (2011) e Santos (2016).

$$V\gamma + V\alpha' = 1 \quad \text{equação 2}$$

$$V\gamma = \frac{1,4I\gamma}{I\alpha' + 1,4I\gamma} \quad \text{equação 3}$$

Onde:

- $V\gamma$  = Volume de fração de austenita;
- $V\alpha'$  = Volume de fração de martensita;
- $I\gamma$  = Intensidade relativa de 100% da fase  $\gamma$ -Fe (111);
- $I\alpha'$  = Intensidade relativa de 100% da fase  $\alpha'$ -Fe (110).

É pertinente dizer que estas são equações simplificadas para determinação de volumes fases, onde considera-se a inexistência de carbonetos, e a presença apenas das fases austenita e martensita na microestrutura, e mede-se somente a intensidade dos picos difratados referentes aos planos  $\gamma$  (111) e  $\alpha'$  (110).

### 6.3.5 Análise da rugosidade por microscopia confocal

As análises das áreas erodidas também foram feitas por microscopia confocal, com o equipamento Lext OLS400 3D Laser, fabricado pela Olympus. Esta técnica permite gerar imagens tridimensionais da topografia da amostra pela reflexão de um laser através de lentes objetivas, gerando três formas possíveis de visualização: a



imagem gerada pelo laser (em escala de cinza); a imagem por microscopia ótica (colorida); e uma imagem do perfil de rugosidade em 3D (escala de cores).

A microscopia confocal permitiu caracterizar a evolução da rugosidade da superfície erodida, possibilitando analisar como a variação de rugosidade influencia na taxa de erosão, bem como a influência da rugosidade gerada pelo *shot peening*.

Os parâmetros de rugosidade utilizados foram em 3D, sendo eles: Sa, Sp, Sv, Sku e Ssk. Para cada teste foram realizadas três análises em áreas distintas, localizadas no centro da área erodida. As medições de rugosidade foram feitas com cut-off 0,8, com filtro gaussiano e com uma lente objetiva de 20x, o que resulta em uma área de 640  $\mu\text{m}^2$ .

Essa ampliação foi utilizada por gerar uma área de análise, no mínimo, 5x maior que o parâmetro de altura máxima Sz (maior distância entre pico e vale, ou seja, a soma entre Sv e Sp). Isto garante que seja minimizado o efeito de mascaramento de resultados, tanto por falta de resolução (em caso de pouca ampliação, com a lente objetiva de 10x ou 5x) como por excesso de resolução (em caso de muita ampliação, com a lente de 50x ou 100x).

## 7 RESULTADOS

Inicialmente são apresentados os resultados da caracterização morfológica e composição de fases cristalinas nos pós da matéria-prima, o que ajuda a interpretar as características observadas nos revestimentos aplicados por FS-pó e HVOF.

Na sequência, são apresentados os resultados da caracterização morfológica dos revestimentos, suas características microestruturais e de composição de fases cristalinas, tanto na condição de aspergido como após tratamento de *shot peening*. Também são apresentados os resultados de aderência.

Seguindo, são apresentados os resultados obtidos durante os ensaios de cavitação acelerada: perda de massa e taxa de erosão; caracterização dos mecanismos de erosão; comportamento da rugosidade em função do tempo de cavitação; e por último, as transformações de fase durante a cavitação.

Alguns resultados desta tese já foram publicados na forma de resumo expandido (SUCHARSKI, et al., 2016), podendo ser consultado no APÊNDICE VI. Este trabalho foi apresentado no congresso EAMC 2016 – European Advanced Materials Congress 2016, realizado na cidade de Estocolmo, Suécia.

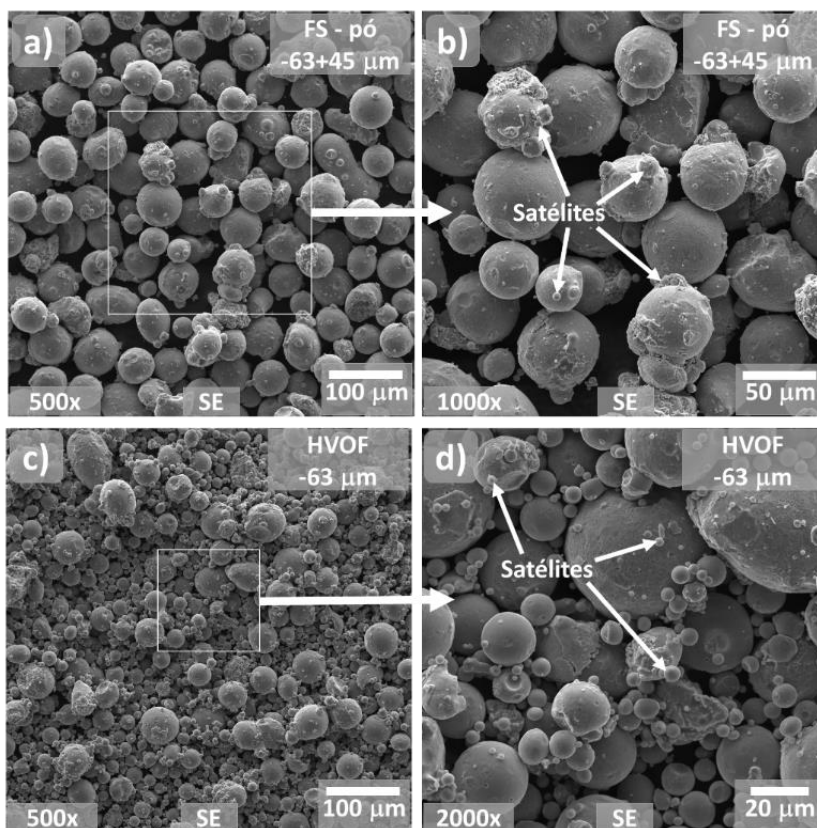
### 7.1 CARACTERIZAÇÃO DOS PÓS

A morfologia dos pós fabricados por atomização em argônio é predominantemente esférica, porém, devido às características da liga fundida e do processo de fabricação, podem ocorrer algumas variações geométricas. A Figura 29 mostra as duas granulometrias separadas por peneiramento, sendo para FS-pó a granulometria -63+45  $\mu\text{m}$  e para HVOF a granulometria -63  $\mu\text{m}$ . Nas Figura 29 (c) e (d), é possível observar a presença de partículas esféricas, com pequenas distorções geométricas, sendo evidente a diferença de dispersão do tamanho dos pós, onde é notável a presença de pequenas partículas na granulometria -63  $\mu\text{m}$ .

Em algumas partículas maiores é possível identificar pequenas partículas aderidas a elas, inclusive metalurgicamente, este fenômeno é conhecido como partículas satélites. Segundo Dunkley (2013), isso ocorre porque, durante o processo de atomização as partículas menores, que solidificam mais rápido, são sugadas para a região de atomização, região mais quente, entrando em contato as esferas maiores, que

ainda podem estar fundidas ou superaquecidas, em um estado de alta plasticidade, permitindo com que sejam unidas entre si.

FIGURA 29 – MEV DOS PÓS DA LIGA FeMnCrSiB ATOMIZADOS EM ARGÔNIO



FONTE: O autor (2016).

Em (a) e (b) granulometria -63+45 µm utilizado no processo FS-pó, em (c) e (d) granulometria -63 µm utilizado no processo HVOF.

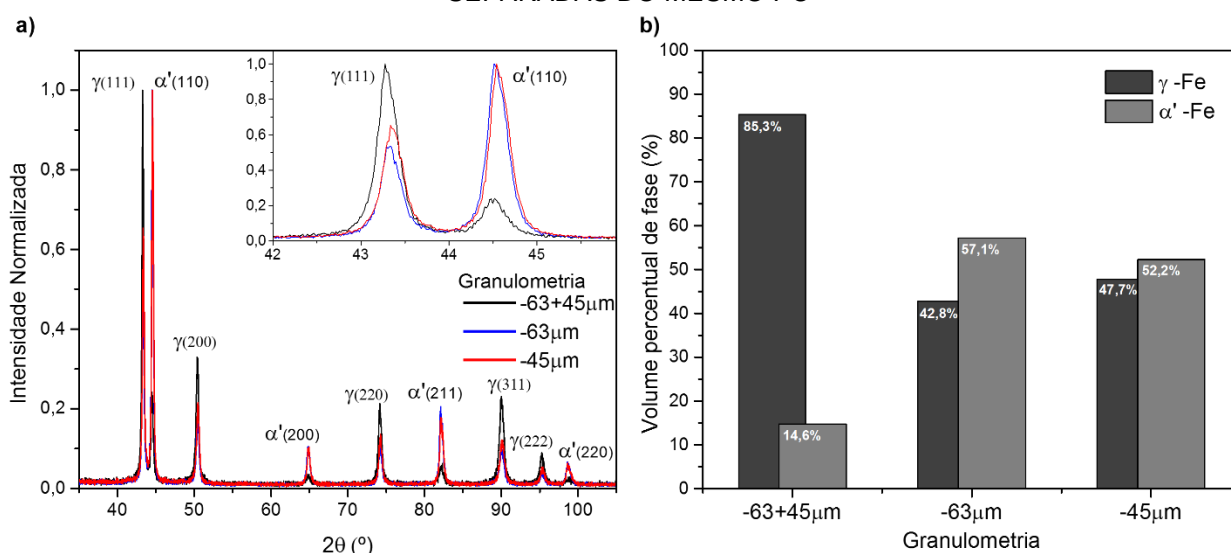
De uma forma geral, partículas satélites são indesejadas em pós para aplicação por aspersão térmica, pois podem prejudicar o controle da taxa de alimentação de pó, pela dificuldade de arraste e normal escoamento dos pós pelos canais de alimentação do funil até o bico da pistola; bem como, devido a menor seção, gerar superaquecimento localizado e excesso de oxidação dessas partículas aspergidas (DUNKLEY, 2013). No entanto, os pós utilizados, mesmo com partículas satélites, não prejudicaram significativamente as deposições, sendo possível o controle da taxa de alimentação para ambos os processos durante as aplicações, obtendo revestimentos com características satisfatórias para as condições deste estudo.

Os pós foram analisados por DRX e os resultados mostram que as partículas muito pequenas, presentes principalmente no pó utilizado nas aplicações por HVOF, apresentam proporção de fases cristalinas diferentes das encontradas no pó mais grosseiro, utilizado no processo FS-pó. Para confirmar, também foi realizada uma análise

de DRX sobre o pó mais fino, sendo este pó peneirado com uma abertura de malha de 45  $\mu\text{m}$  (granulometria -45  $\mu\text{m}$ ).

A Figura 30(a) mostra os padrões de DRX, no detalhe da figura é possível observar a diferença na relação entre as intensidades dos picos difratados na direção (111), referente à fase  $\gamma$ -Fe (austenita) e na direção (110), referente à fase  $\alpha'$ -Fe (martensita), para as diferentes granulometrias. A Figura 30(b) mostra os resultados da quantificação volumétrica dessas fases, calculados conforme as equações 2 e 3, onde é observado que o pó com granulometria -63+45  $\mu\text{m}$  contém maior quantidade de fase  $\gamma$ -Fe, sendo ela de 85,3%, já a granulometria -63  $\mu\text{m}$  apresenta um valor inferior de apenas 42,8%. A análise com a granulometria -45  $\mu\text{m}$  confirma que o pó mais fino é o responsável pela grande quantidade de fase  $\alpha'$ -Fe contido na granulometria -63  $\mu\text{m}$ .

FIGURA 30 – ANÁLISE DA COMPOSIÇÃO DE FASES PARA DIFERENTES GRANULOMETRIAS, SEPARADAS DO MESMO PÓ



FONTE: O autor (2016).

Em (a) padrões de DRX, em (b) resultados de quantificação das fases.

A diferença de proporção de fases para diferentes tamanhos de pós pode ocorrer devido às diferentes taxas de resfriamento durante o processo de atomização, sendo os pós mais finos os que resfriam mais rápido devido ao menor volume de material. Esta transformação de composição de fases ocorreu, pois, neste tipo de material (SMA), a austenita  $\gamma$  (CFC) pode ser transformada por resfriamento ou por deformação, tanto em martensita- $\alpha'$  (TCC ou CCC), como em martensita- $\varepsilon$  (HC) dependendo da EFE (energia de falha de empilhamento) (DUNNE, 2012).

Segundo Nascimento, et al. (2008) e Borges (2013), a transformação de fase que predomina depende de fatores como composição química e cíclico termomecânico,

sendo a característica das ligas com efeito de memória a transformação e reversão de fase cristalina, conforme as seguintes reações:



Devido à alta taxa de resfriamento, do processo de atomização, foi observada uma quantidade significativa da fase que poderia se formar (martensita- $\alpha'$ ), principalmente para os pós mais finos, o que também foi facilitado pela composição química deste material, composto tanto por elementos que estabilizam a austenita e facilitam a transformação martensítica (Mn, Si) (DUNNE, 2012), como pelo elemento estabilizador de ferrita (Cr) (Tabela 4). Porém, não é descartada a possibilidade de haver uma parcela da fase ferrita- $\delta$  retida nessa estrutura, pois ambas podem apresentar estrutura cúbica de corpo centrado (CCC). Esta coincidência de estrutura cristalina faz com que estas duas fases apresentem padrões de DRX similares, tornando impossível diferenciá-las somente por esta técnica.

De uma forma geral, a identificação de diferentes proporções de fases cristalinas, para diferentes faixas granulométricas, de uma mesma liga atomizada com argônio, permite expandir a compreensão dos fenômenos que ocorrem durante a deposição de pós produzidos por este processo, tornando possível explicar algumas características após a deposição dos revestimentos.

## 7.2 CARACTERIZAÇÃO DOS REVESTIMENTOS

Foram obtidos revestimentos com duas morfologias distintas, como era o esperado pelas características das deposições pelos diferentes processos de aspersão térmica. O tratamento por *shot peening* gerou poucas alterações morfológicas e não significativas, porém proporcionou uma suavização do perfil de rugosidade, com achatamento de picos e remoção de partículas de fraca aderência.

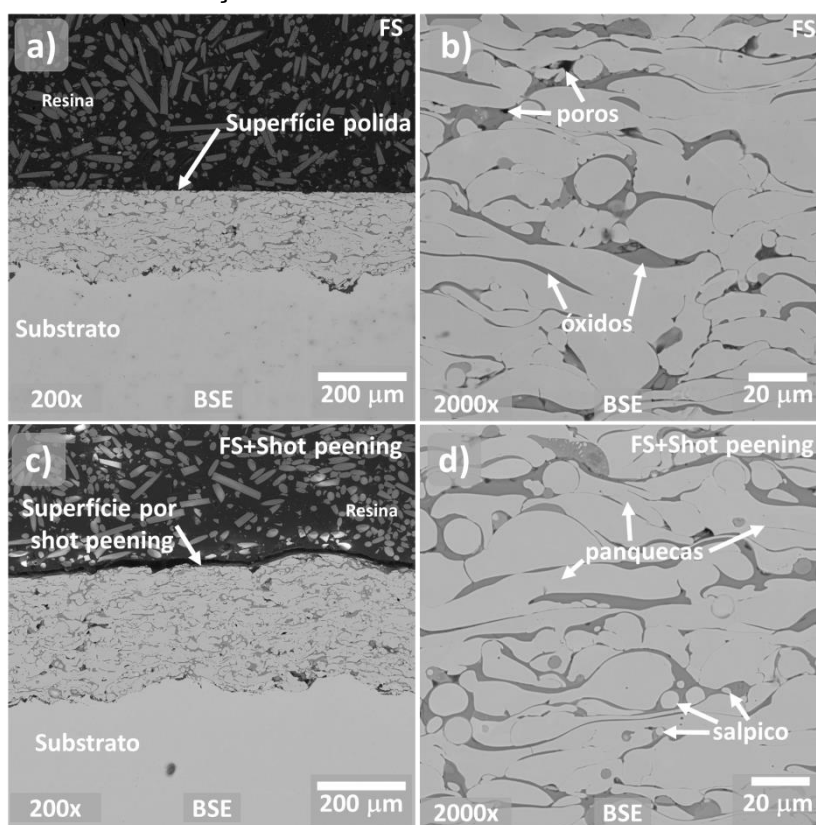
### 7.2.1 Morfologia dos revestimentos depositados

A Figura 31 apresenta a morfologia da seção transversal dos revestimentos obtidos por FS, nas condições polidas.

São destacados os principais microconstituintes desta morfologia:

- Panquecas, são as partículas aspergidas, apresentam geometria alongada paralela à superfície do substrato, formadas pelo impacto de partículas fundidas ou com alto nível de plasticidade;
- Filmes de óxidos (interlamelares), localizados nos contornos das panquecas;
- Porosidade, composta principalmente por microporos, localizados entre as panquecas e filmes de óxidos;
- Salpicos, com características de pequenas partículas esféricas, gerados pelo espalhamento das partículas fundidas ao se chocarem com a superfície, porém alguns salpicos podem ser confundidos com partículas pré-solidificadas durante o voo de transferência, entre o bico da pistola e o substrato.

FIGURA 31 – MEV DA SEÇÃO TRANSVERSAL DOS REVESTIMENTOS POR FS-PÓ



FONTE: O autor (2016).

Em (a) vista geral do revestimento polido e (b) detalhe da morfologia de (a).

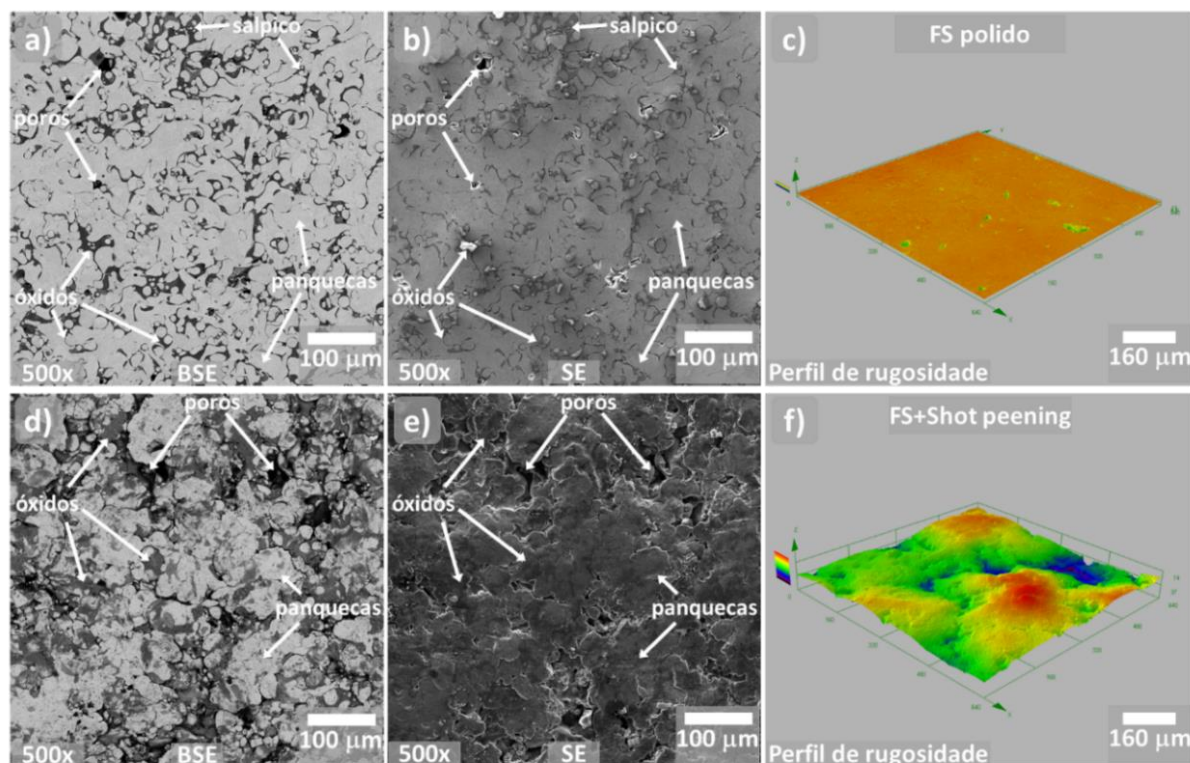
Em (c) vista geral do revestimento com *shot peening*, (d) detalhe da morfologia de (c).

A Figura 32 apresenta a superfície dos mesmos revestimentos obtidos por FS, nas condições polidas e com *shot peening*, além da imagem do perfil de rugosidade em

3D obtido por microscopia confocal. Nesta, são destacados os mesmo microconstituintes da seção transversal (poros, óxidos, panquecas e salpicos), apresentados pelas imagens obtidas por MEV com os detectores: BSE, que distingue os óxidos (tons de cinza mais escuro) e panquecas (tons de cinza mais claro) (Figura 32(a) e (d)); e SE, onde é mais pronunciado o efeito de relevo da superfície (Figura 32(b) e (e)). Ambas as imagens da mesma região, sendo possível observar as diferenças e similaridades dos efeitos dos dois detectores sobre a mesma área.

O revestimento FS-pó polido apresenta uma superfície com presença de poros, evidenciados na imagem de MEV-SE (Figura 32(b)) e confirmado pelos vales presentes no perfil de rugosidade em 3D (Figura 32(c)), essa formação característica é esperada e inerente deste processo de deposição.

FIGURA 32 – SUPERFÍCIES DOS REVESTIMENTOS FS-PÓ



FONTE: O autor (2016).

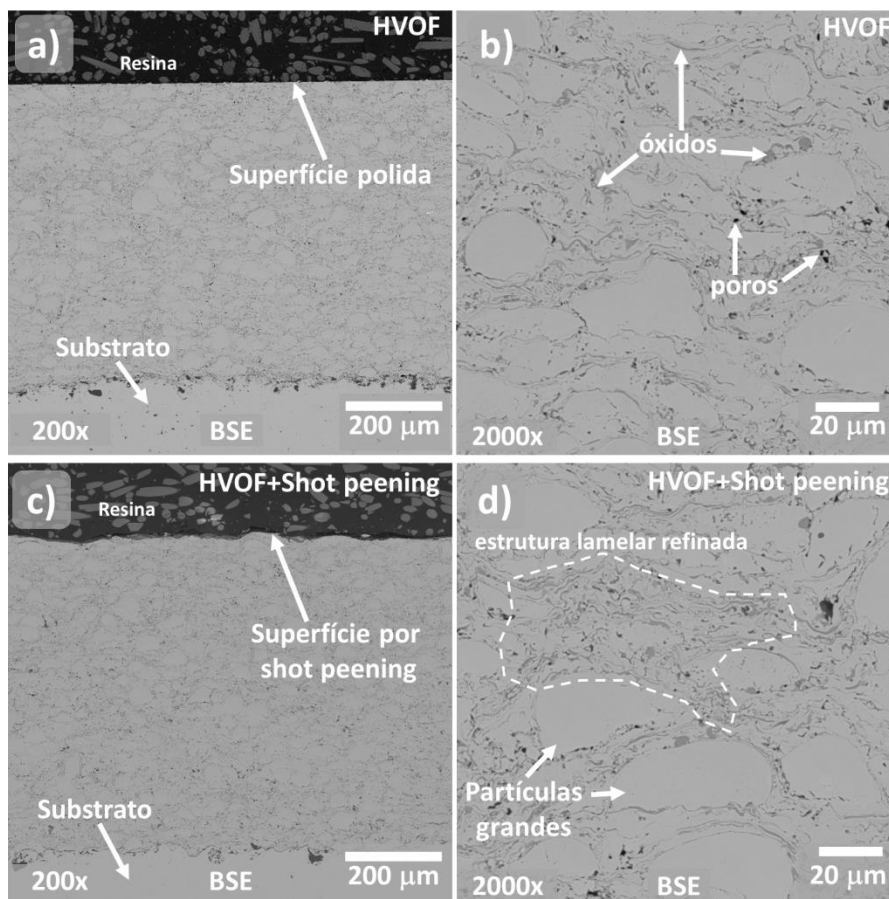
Na condição polido em (a) e (b), MEV-BSE e SE da mesma área, respectivamente, em (c) perfil de rugosidade em 3D. Com *shot peening* em (d) e (e) MEV-BSE e SE da mesma área, respectivamente, em (f) perfil de rugosidade em 3D.

Já no revestimento FS-pó com *shot peening*, esta porosidade fica mascarada pelo relevo da superfície, pois a compactação formada pela deformação plástica induzida pelos impactos das esferas preenche a maioria dos vales e microporos superficiais, conforme pode ser visto no perfil de rugosidade em 3D (Figura 32(f)), porém, na imagem

por MEV-SE é possível identificar a porosidade pelo efeito da distribuição dos tons de cinza, sendo as regiões mais escuras as com maior profundidade (Figura 32(e)).

A Figura 33 apresenta a morfologia da seção transversal dos revestimentos obtidos por HVOF.

FIGURA 33 – MEV DA SEÇÃO TRANSVERSAL DOS REVESTIMENTOS POR HVOF



FONTE: O autor (2016).

Em (a) vista geral do revestimento polido e (b) detalhe da morfologia de (a).

Em (c) vista geral do revestimento com *shot peening*, (d) detalhe da morfologia de (c).

Nas condições polido (Figura 33(a) e (b)) e com *shot peening* (Figura 33(c) e (d)), as quais, de uma forma geral, apresentam uma estrutura mais refinada, comparada ao FS-pó, onde são destacados os principais microconstituintes:

- Partículas grandes, definidas pela geometria arredondada e baixa molhabilidade (pouca deformação), esta forma é característica do processo HVOF, sendo que, dependendo da granulometria do material, algumas partículas não fundem devido à grande velocidade de transferência, somente superaquecem e deformam com o impacto no substrato;
- Região com uma estrutura lamelar refinada, composta por pequenas panquecas intercaladas com filmes finos de óxidos, essas regiões são formadas a partir da

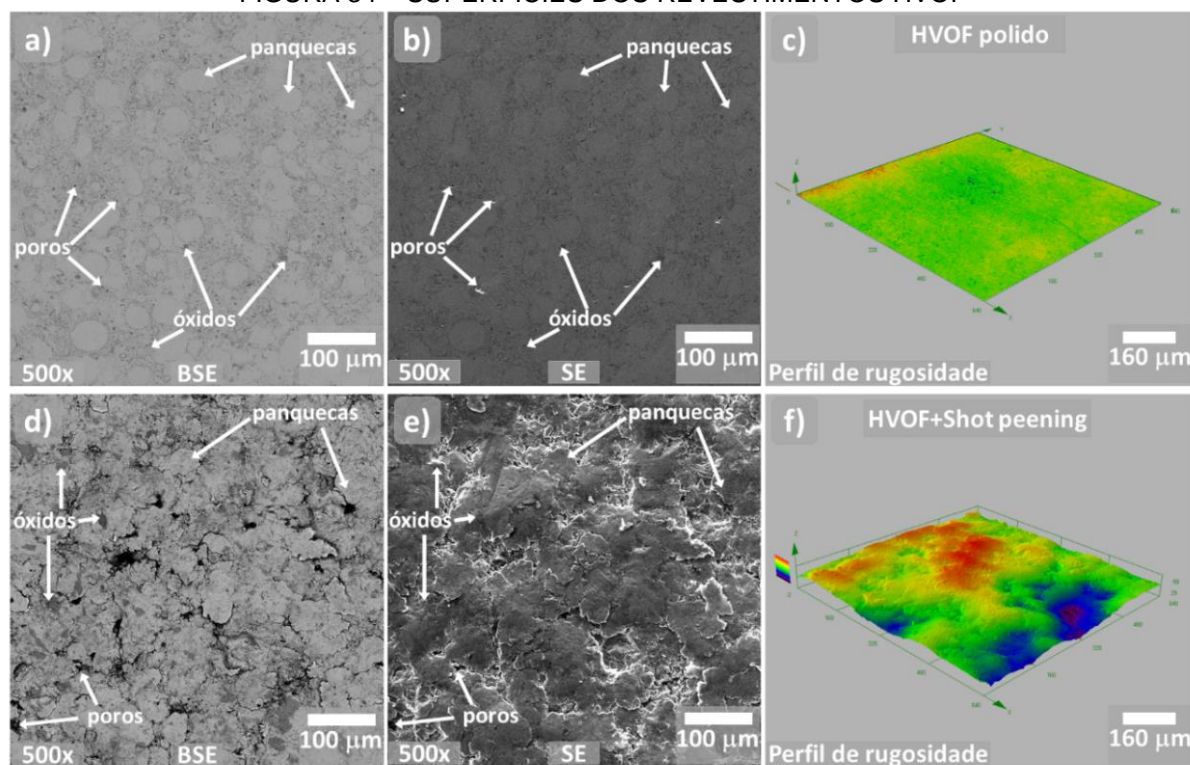


fusão das partículas mais finas, de granulometria  $-45\ \mu\text{m}$ , presentes no pó utilizado neste processo, a maior oxidação observada nessas regiões é devido ao fato de que quanto menor o tamanho de partículas maior é a sua área superficial exposta à atmosfera oxidante durante o voo;

- Filmes finos de óxidos interlamelares, localizados nos contornos das partículas;
- Porosidade, caracterizado por microporos localizados principalmente nas regiões com estrutura lamelar refinada.

A Figura 34 apresenta a superfície dos mesmos revestimentos obtidos por HVOF, nas condições polido e com *shot peening*, além da imagem do perfil de rugosidade em 3D obtido por microscopia confocal. Nesta, são destacados os mesmo microconstituintes da seção transversal, apresentados pelas imagens obtidas por MEV com os detectores: BSE, onde é observada a mesma formação de partículas grandes dispersas entre as regiões lamelares mais oxidadas (Figura 34(a) e (d)); e SE, onde é mais pronunciado o efeito de relevo da superfície (Figura 34(b) e (e)). Novamente, ambas as imagens da mesma região.

FIGURA 34 – SUPERFÍCIES DOS REVESTIMENTOS HVOF



FONTE: O autor (2016).

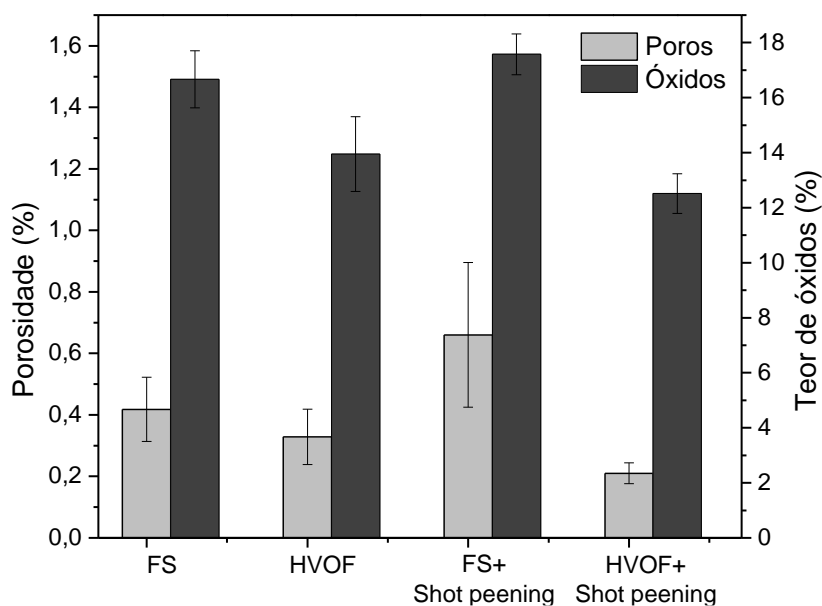
Na condição polido em (a) e (b), MEV-BSE e SE da mesma área, respectivamente em (c) perfil de rugosidade em 3D. Com *shot peening* em (e) e (d) MEV-BSE e SE da mesma área, respectivamente, em (f) perfil de rugosidade em 3D.

O revestimento HVOF polido apresenta uma superfície praticamente com ausência de poros, sendo somente identificados na imagem de MEV-SE (Figura 34 (b)), a ausência de vales no perfil de rugosidade em 3D (Figura 34(c)) mostra que os poros nesta morfologia são menores que a capacidade de serem vistos nessa resolução, essa característica de poros muito pequenos é esperada e inerente deste processo de deposição.

Já no revestimento HVOF com *shot peening*, há um perfil de ondulação mais irregular, este efeito é gerado pelo relevo da superfície resultante do *shot peening*, que cria uma ondulação a partir da deformação plásticas das partículas da superfície, que é influenciada pela granulometria menor presente no pó deste revestimento, conforme pode ser visto no perfil de rugosidade em 3D (Figura 34(f)), gerando uma sobreposição de partículas deformadas, causando esse efeito, visto melhor na imagem por MEV-SE (Figura 34(e)).

Os resultados da quantificação de porosidade e teor de óxidos são apresentados na gráfico da Figura 35, onde as barras de erro representam o desvio padrão.

FIGURA 35 – RESULTADOS DE TEOR DE ÓXIDOS E POROSIDADE



FONTE: O autor (2016).

Os revestimentos apresentaram resultados de porosidade e teor de óxidos muito próximos. Porém, para validar essas comparações foram realizados testes estatísticos, sendo eles a análise de variância (ANOVA) e o teste de Tukey, os detalhes dessas análises estão no APÊNDICE V. A ANOVA para porosidade mostra que não há diferença

significativa entre essas médias, sendo que essa diferença entre os revestimentos depositados por FS-pó é de apenas 0,09% a mais do que o HVOF.

Já, na ANOVA para o teor de óxidos mostra que há diferença significativa entre essas médias, porém essa diferença de média de teor de óxidos do revestimento depositado por FS-pó é de apenas 2,72% a mais do que o HVOF. Em termos práticos, esta diferença de valores não é de grande impacto sobre o revestimento, levando em consideração o que foi observado por Váz, et al., (2014b) e Capra, et al., (2014), onde revestimentos produzidos por HVOF com uma liga muito similar à usada neste trabalho, apresentaram o mesmo desempenho nos testes de cavitação acelerada, com uma diferença de média de teor de óxidos de 6,59%, valor quase 3 vezes maior que o observados nos revestimentos desta tese. E ainda, considerando que os dois processos de deposição apresentam características morfológicas bem diferentes, essa diferença se torna aceitável e cumpre o propósito dos revestimentos serem comparados como similares em relação a essa característica.

Os revestimentos submetidos ao tratamento de shot peening não apresentaram grandes variações nas médias dos resultados de teor de óxidos, porém há um aumento da média de poros no revestimento FS com o shot peening, o qual apresentou o maior valor de desvio padrão, evidenciado pela maior barra de erro no gráfico. No entanto, essa diferença não se mostrou significativa pelo teste de Tukey (APÊNDICE V), o qual mostra que os resultados de porosidade e teor de óxidos não apresenta diferença significativa após o tratamento por shot peening, em ambos os processos de deposição.

O tratamento superficial por *shot peening* já se mostrou capaz de reduzir significativamente a porosidade de revestimentos depositados por aspersão térmica, nos resultados apresentados por Sucharski, et al., (2015b) (APÊNDICE IV), a redução de porosidade foi de até 97,8%, para um porosidade inicial de 2,74%. No entanto, essa grande redução de porosidade só é possível para uma porosidade inicial elevada, como a de Sucharski, et al., (2015b).

Devido à baixa porosidade obtida nos revestimentos deste estudo, não era esperado que o *shot peening* produzisse grande alteração na porosidade.

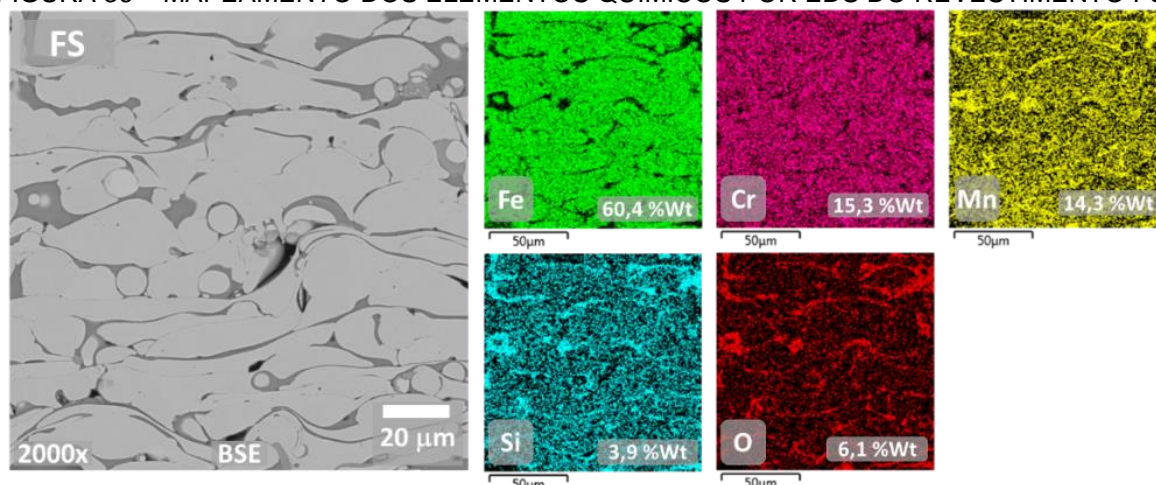
## 7.2.2 Mapeamento da composição química por EDS

As morfologias dos revestimentos também foram analisadas em função da composição química. Pela técnica de mapeamento por EDS foi possível verificar a

distribuição dos elementos químicos na área analisada. Sendo assim, foi possível identificar e confirmar a presença dos óxidos interlamelares, principalmente no revestimento por FS-pó. Esta mesma técnica foi utilizada por Sampath, et al., (2004), para identificar óxidos de alumínio em um revestimento de uma liga Ni5Al.

Na Figura 36 são apresentados os mapas de composição química, juntamente com a imagem por MEV-BSE da área analisada do revestimento depositado por FS-pó. Nestes mapas é possível verificar que há regiões pobres em ferro (Fe), porém são ricas em manganês (Mn), silício (Si) e oxigênio (O), também está presente o cromo (Cr). Comparando essas áreas com a imagem por MEV-BSE, é confirmado que os filmes interlamelares são compostos por óxidos, no caso, óxidos complexos de composição química não definida, chamada aqui de  $M_xO_x$ , onde “M” pode ser uma combinação de Fe, Cr, Mn e Si.

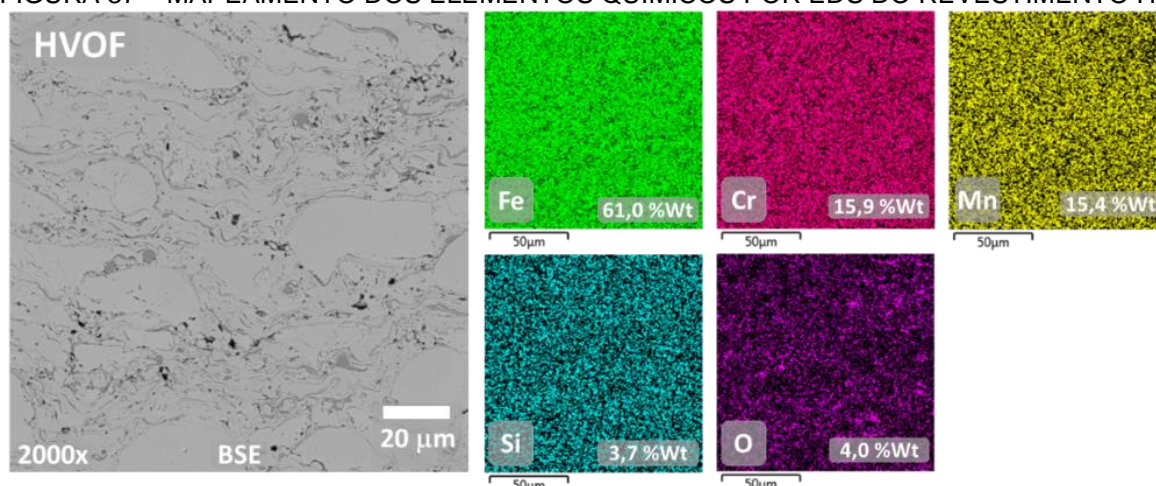
FIGURA 36 – MAPEAMENTO DOS ELEMENTOS QUÍMICOS POR EDS DO REVESTIMENTO FS-PÓ



FONTE: O autor (2016).

Na Figura 37 são apresentados os mapas de composição química, juntamente com a imagem por MEV-BSE da área analisada do revestimento depositado por HVOF. Nestes mapas é possível verificar que não existem áreas com concentração ou ausência de elementos, o que sugere que a deposição por HVOF produz um revestimento com composição química mais homogênea. Isso ocorre devido aos óxidos nessa morfologia serem finos, fazendo que não sejam facilmente visualizados nesta ampliação (2000x).

FIGURA 37 – MAPEAMENTO DOS ELEMENTOS QUÍMICOS POR EDS DO REVESTIMENTO HVOF

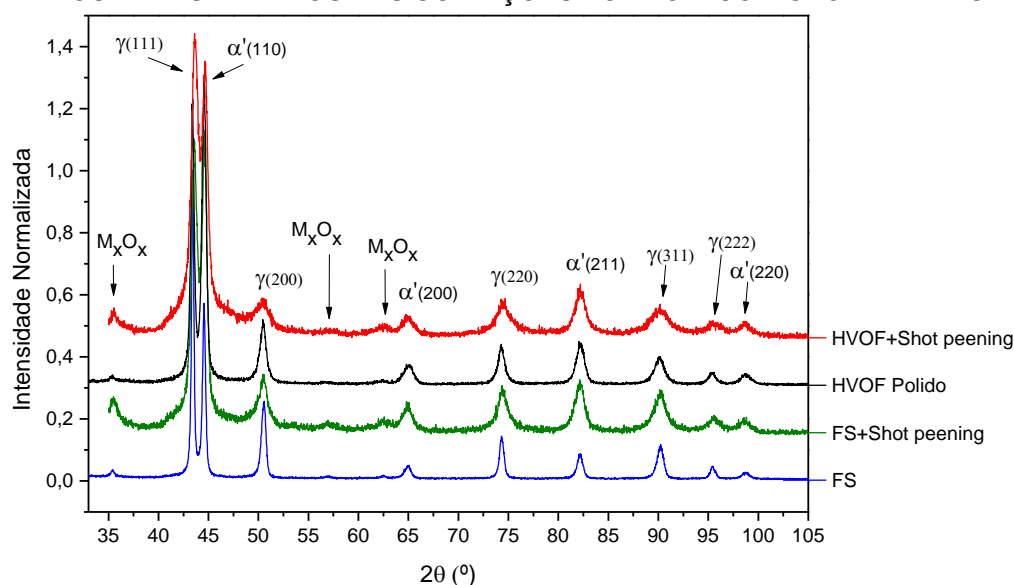


FONTE: O autor (2016).

Indiretamente, os resultados de EDS confirmam a composição química da liga, apresentando valores muito próximos dos definidos pela composição química nominal da liga (Tabela 4). Porém, esse não foi o principal objetivo de utilização desta técnica, pois há na composição química nominal da liga elementos de baixo peso atômico (boro (B), carbono (C) e nitrogênio (N)), sendo uma limitação desta técnica a detecção destes elementos.

### 7.2.3 Identificação das fases cristalinas por DRX

Os padrões de DRX (Figura 38) mostram os mesmos padrões de picos observados nos pós, porém os revestimentos apresentaram o surgimento de outros três picos de baixa intensidade.

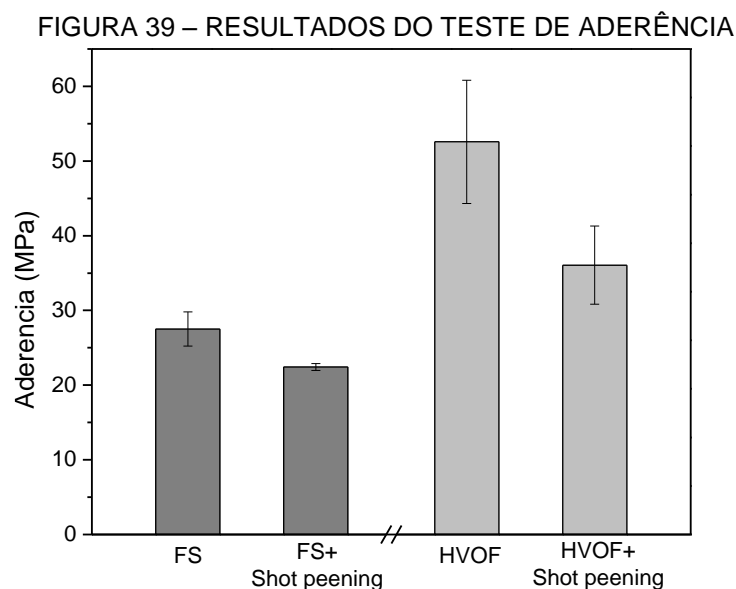
FIGURA 38 – DRX DOS REVESTIMENTOS NAS CONDIÇÕES POLIDO E COM *SHOT PEENING*

FONTE: O autor (2016).

Esses picos correspondem aos padrões de DRX de óxidos variados, como: Fe e Cr; e Mn e Si. Considerando os resultados de EDS, que mostra áreas ricas destes elementos, estes picos foram identificados como  $M_xO_x$ .

#### 7.2.4 Aderência

De uma forma geral, a condição de preparação da superfície a ser revestida influencia diretamente a aderência dos revestimentos, porém os testes foram realizados sobre as mesmas condições de rugosidade, o que mostra que as características morfológicas dos revestimentos são significativas. Essa influência pode ser observada nos resultados de aderência na Figura 39 (barras de erro são o desvio padrão).



FONTE: O autor (2016).

Os resultados de aderência mostram que os revestimentos depositados por HVOF apresentam os maiores valores de tensão ruptura, com valor médio de 52,5 MPa, sendo que a média de aderência dos revestimentos FS-pó é aproximadamente metade, 27,5 MPa.

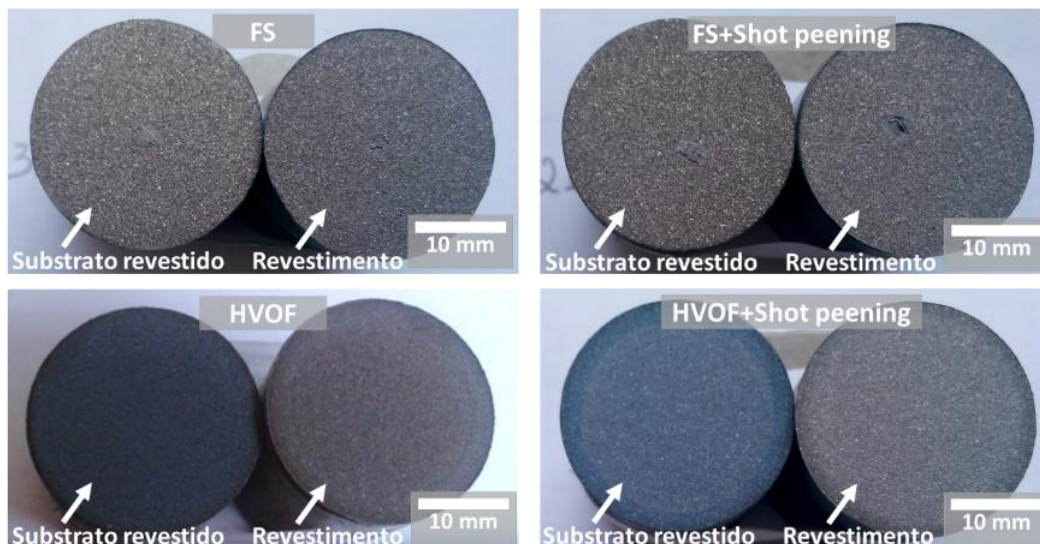
Todos os testes de aderência apresentaram fratura do tipo adesiva, que é quando a ruptura do corpo de prova ocorre na interface entre o revestimento e o substrato (conforme indicado pela Figura 24(b)). Este tipo de falha é desejado, pois ocorreram em valores de tensão altos, indicando que não há problemas de coesão interlamelar nos revestimentos.



O tratamento por *shot peening* gerou uma redução de aderência para ambos os revestimentos. Este comportamento se deve ao fato de que, provavelmente, há uma pequena parcela da energia de impacto das esferas sendo transferida na forma de vibração para a interface do revestimento com o substrato, o que pode comprometer parcialmente o ancoramento mecânico. Porém, isso não foi significativo, tendo em vista que a falha por deslocamento não ocorreu nos ensaios de cavitação, que serão apresentados mais à frente.

A Figura 40 mostra as fraturas dos corpos de prova após o ensaio de aderência, sendo indicado nas imagens: o substrato, que havia sido revestido inicialmente (lado esquerdo); e o revestimento, que foi removido durante o ensaio (lado direito), colado ao contra-corpo.

FIGURA 40 – ASPECTO DOS CORPOS DE PROVA APÓS O ENSAIO DE ADERÊNCIA



FONTE: O autor (2016).

As alterações de coloração do substrato são geradas pela oxidação do aço carbono em elevada temperatura, durante a deposição. Sendo o tom azulado, observado nos corpos de prova de HVOF, resultado do maior aquecimento gerado por este processo. Nos corpos de prova de FS-pó a coloração foi de um tom cobreado/dourado, característico da oxidação em temperaturas mais baixas.

### 7.3 EROÇÃO POR CAVITAÇÃO

Os resultados dos ensaios de cavitação acelerada mostraram que há diferença significativa entre as morfologias estudadas e que o *shot peening* melhora o desempenho dos revestimentos.

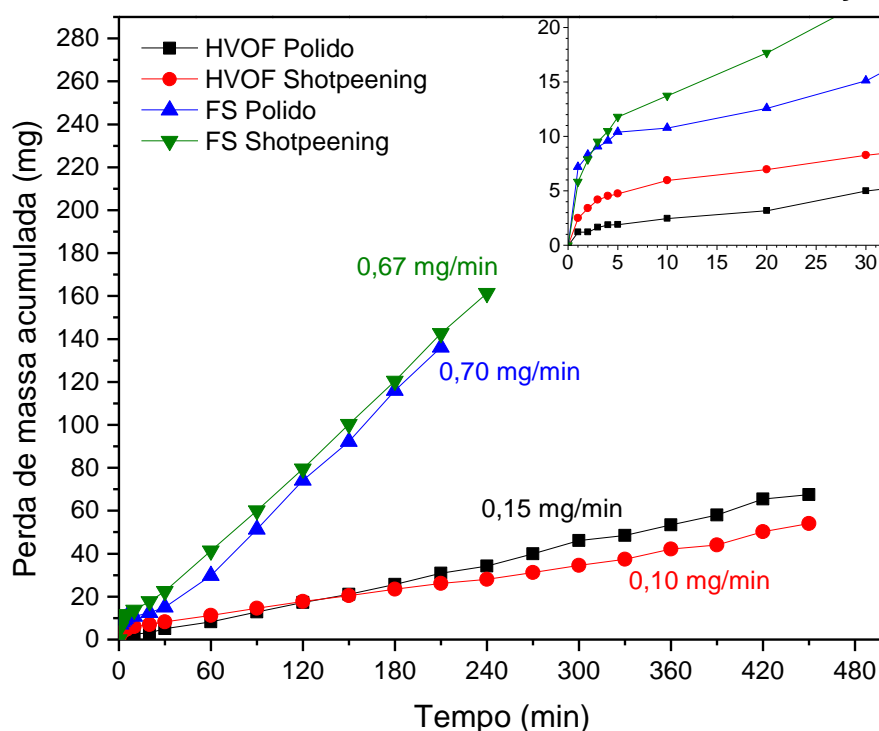
A seguir são apresentados os resultados das análises de perda de massa, variações do perfil de rugosidade, caracterização dos mecanismos de erosão e as transformações de fase durante a cavitação.

#### 7.3.1 Perda de massa

Uma das respostas com representação física da erosão causada pela cavitação é a perda de massa. Quando esta perda de massa é medida ao longo do tempo, é possível observar o comportamento do mecanismo de perda de material por erosão, permitindo comparar resultados quantitativamente e assim, inferir qual condição apresenta melhor desempenho.

A Figura 41 mostra os resultados de perda de massa acumulada em função do tempo de ensaio, o detalhe da figura mostra a curva inicial de perda de massa, a qual só foi possível de ser observada devido aos pequenos intervalos de tempo entre as medições.

FIGURA 41 – PERDA DE MASSA ACUMULADA DURANTE O ENSAIO DE CAVITAÇÃO ACELERADA



FONTE: O autor (2016).



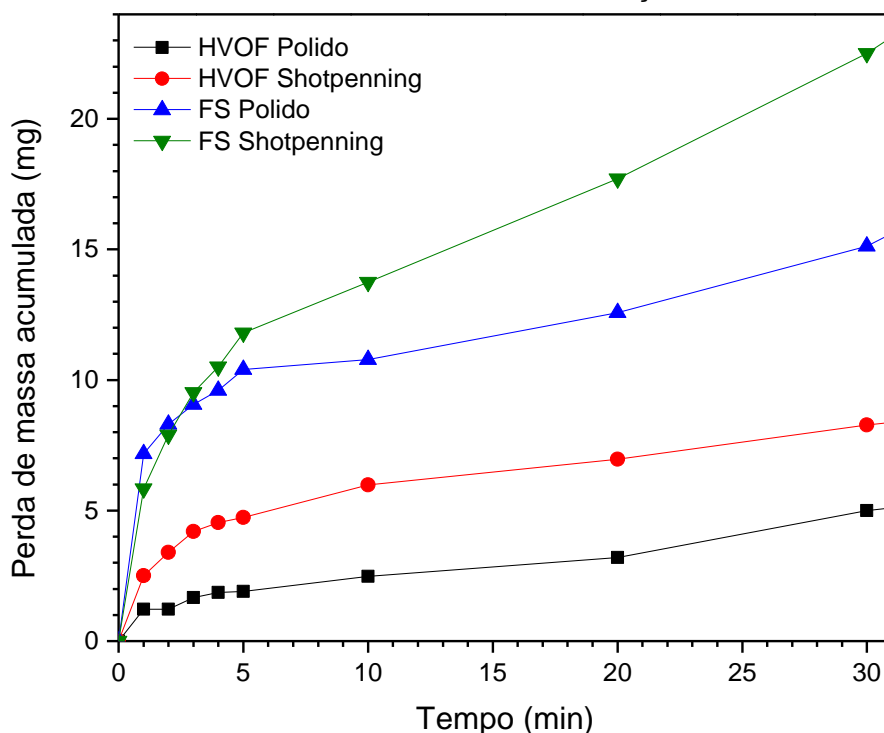
Os valores de taxa de erosão estão descritos próximos aos seus respectivos conjunto de dados. As taxas de erosão foram calculadas por regressão linear, considerando os resultados a partir do instante que apresentavam comportamento linear, ou seja, a partir de 60 minutos de ensaio.

Os resultados de perda de massa mostram que o revestimento obtido pelo processo FS-pó é mais susceptível a erosão por cavitação do que o obtido por HVOF. Sendo que a perda de massa para o HVOF foi menor, onde a taxa de erosão para o FS-pó foi aproximadamente 4,6 vezes maior.

O tratamento por *shot peening* diminuiu a taxa de erosão em ambos os revestimentos, sendo este efeito mais pronunciado no revestimento de HVOF. A taxa de erosão no revestimento FS-pó foi reduzido em aproximadamente 1,04 vezes e para o revestimento HVOF foi reduzido em aproximadamente 1,5 vezes.

No entanto, para ambos os casos, o *shot peening* causou uma maior perda de massa inicial. A Figura 42 mostra novamente os resultados dos primeiros 30 minutos de ensaio (mesmos dados do detalhe da Figura 41), onde é possível observar este comportamento. A causa deste fenômeno é a maior rugosidade inicial, que será discutida na seção seguinte.

FIGURA 42 – COMPORTAMENTO DA PERDA DE MASSA DURANTE OS PRIMEIROS 30 MINUTOS DE ENSAIO DE CAVITAÇÃO



FONTE: O autor (2016).

Uma observação importante é sobre a inexistência do período de incubação, que é o primeiro estágio da erosão por cavitação normalmente observado, e é definido pelo intervalo de tempo inicial que não apresenta perda de massa significativa, conforme apresentado anteriormente na Figura 14. Neste, a energia das implosões das bolhas (cavitação) são absorvidas pelo material através de deformação plástica e transformações de fase induzidas por deformação (DULAR, STOFFEL, SIROK, 2006). O comportamento observado nos revestimentos depositados por aspersão térmica mostra que já existe perda de massa a partir do primeiro minuto de teste, não havendo período de incubação.

### 7.3.2 Transformações dos perfis de rugosidade

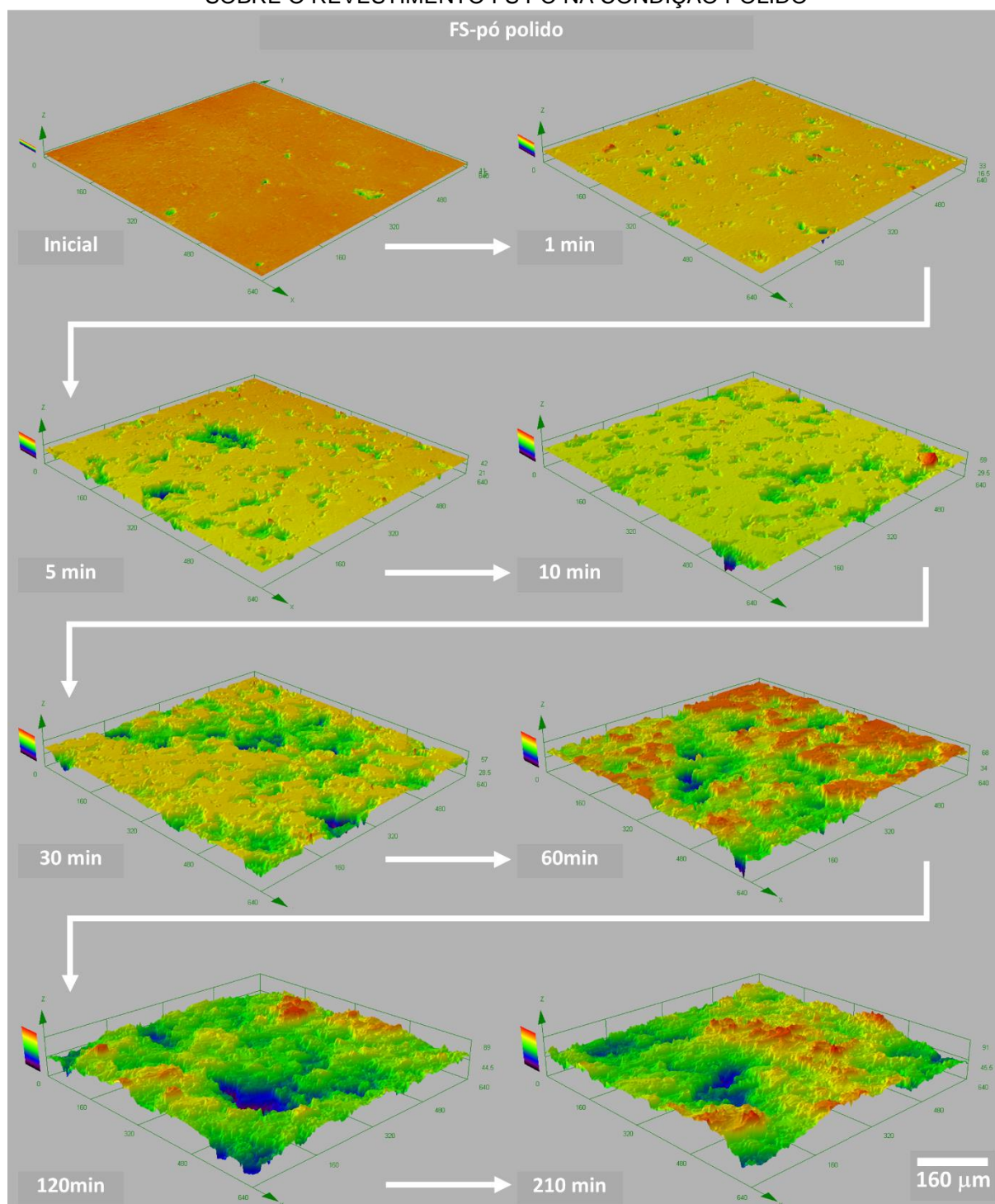
As análises por microscopia confocal permitiram acompanhar a formação da rugosidade gerada pela cavitação, ajudando a visualizar os efeitos da erosão sobre a superfície. As Figura 43, Figura 44, Figura 45 e Figura 46 apresentam os perfis de rugosidade referente à condição inicial e a evolução durante o ensaio.

Os perfis mostram, principalmente nos revestimentos polidos, o surgimento dos primeiros vales. Também permite acompanhar como em algumas regiões a superfície plana inicial do teste se mantém por um determinado período no decorrer do ensaio.

Os revestimentos FS-pó, polido (Figura 43) e com *shot peening* (Figura 44), até os 60 minutos de ensaio apresentam características bem diferentes, sendo o revestimento polido com algumas regiões onde ainda não ocorreu perda de massa, caracterizado pelo aspecto plano, já para o com *shot peening* ainda há uma ondulação, a qual foi reduzida gradualmente. A partir de 120 minutos, ambos os revestimentos apresentam o mesmo aspecto, revelando a rugosidade característica das primeiras camadas abaixo da superfície inicial.

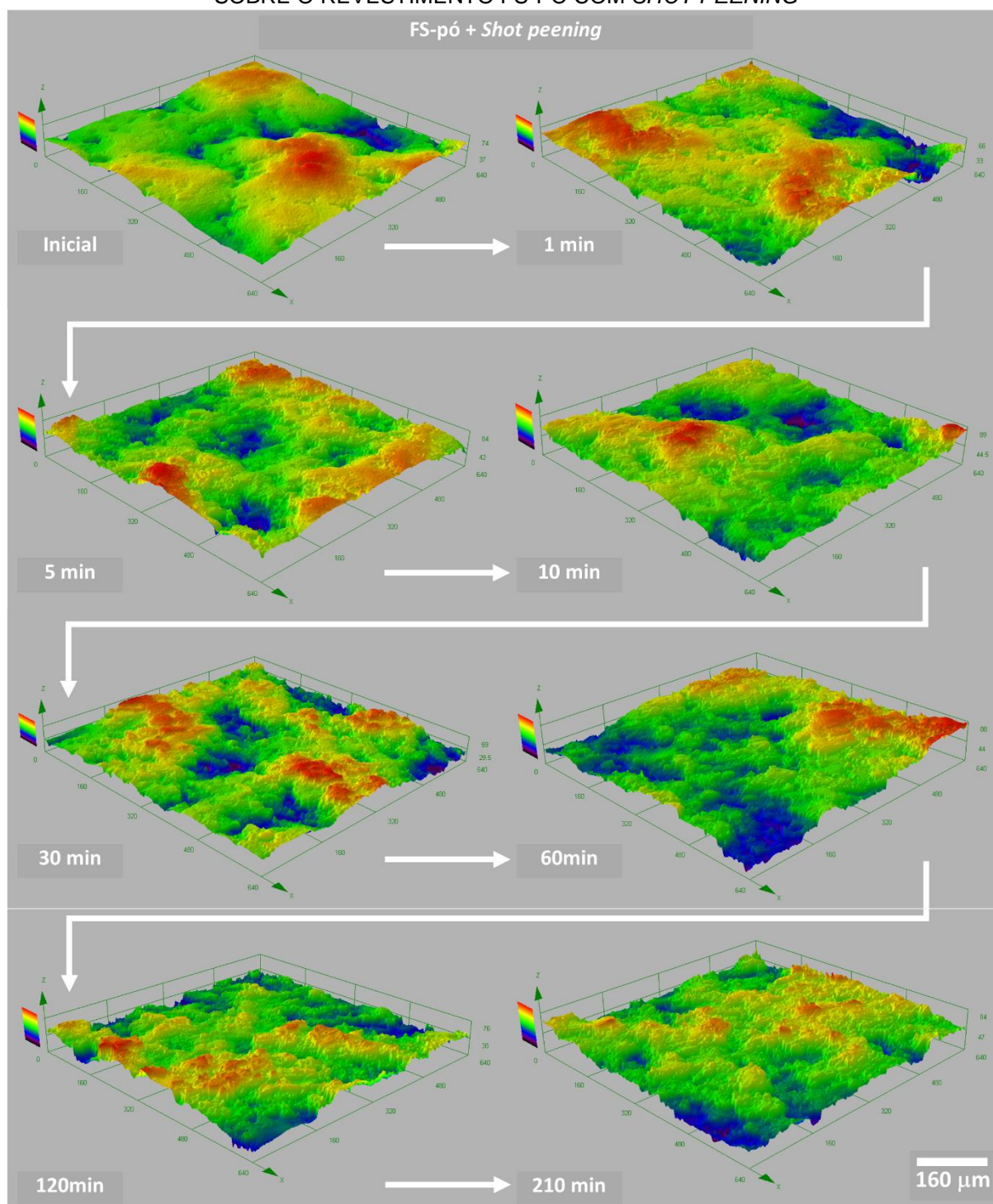
Já para os revestimentos HVOF, polido (Figura 45) e com *shot peening* (Figura 46), as características diferentes são observadas até 210 minutos, sendo o revestimento polido com algumas regiões onde ainda não ocorreu perda de massa, caracterizado pelo aspecto plano, já para o com *shot peening* ainda há uma ondulação, a qual foi reduzida gradualmente, porém, para este caso, de uma forma mais lenta. A partir de 300 minutos, assim como nos revestimentos de FS-pó, ambos os revestimentos apresentam o mesmo aspecto, revelando a rugosidade característica das primeiras camadas abaixo da superfície inicial.

FIGURA 43 – PERFIS DE RUGOSIDADE ANTES E DURANTE ENSAIO DE CAVITAÇÃO ACELERADA SOBRE O REVESTIMENTO FS PÓ NA CONDIÇÃO POLIDO



FONTE: O autor (2016).

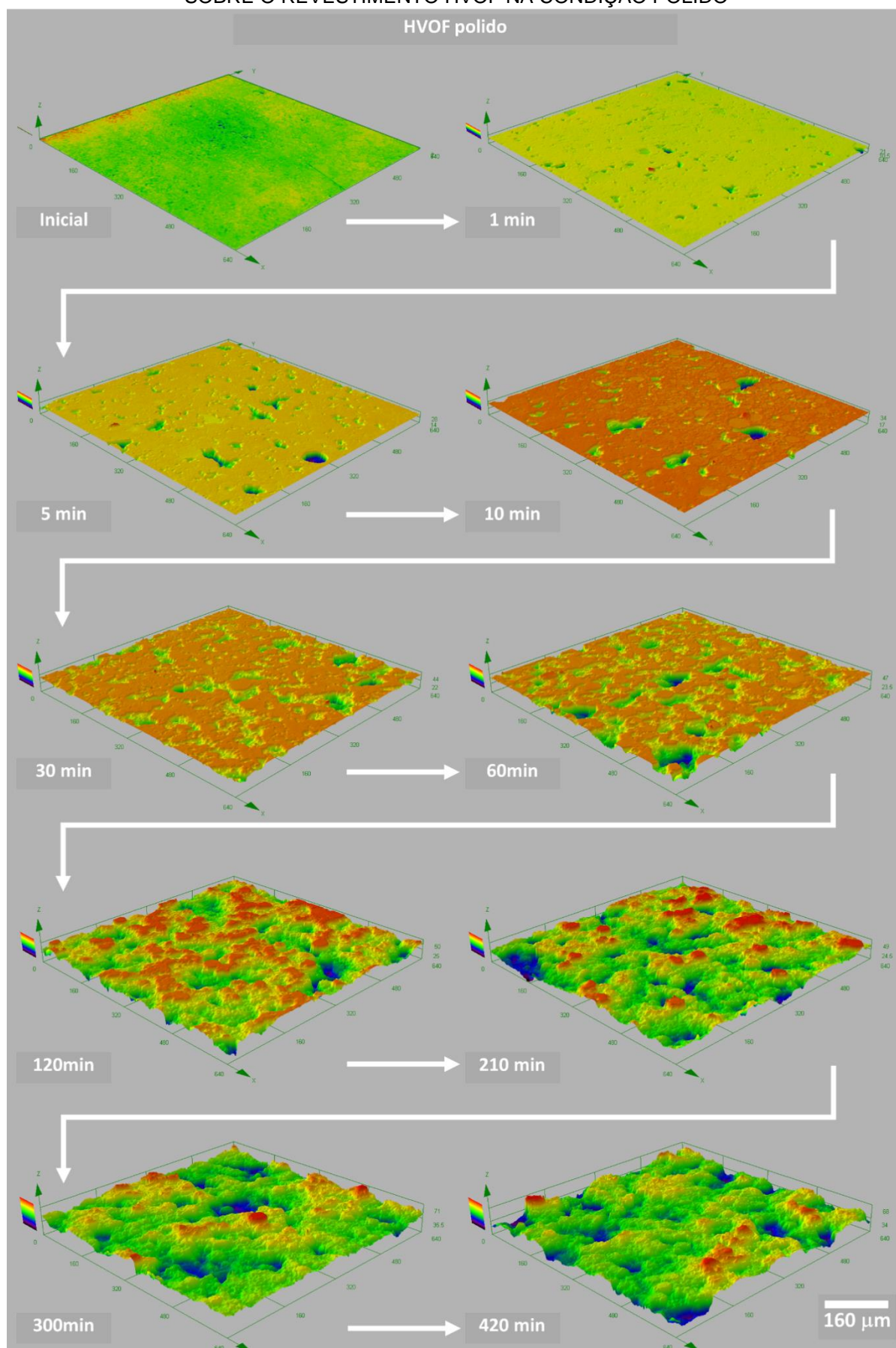
FIGURA 44 – PERFIS DE RUGOSIDADE ANTES E DURANTE ENSAIO DE CAVITAÇÃO ACELERADA SOBRE O REVESTIMENTO FS-PÓ COM *SHOT PEENING*



FONTE: O autor (2016).

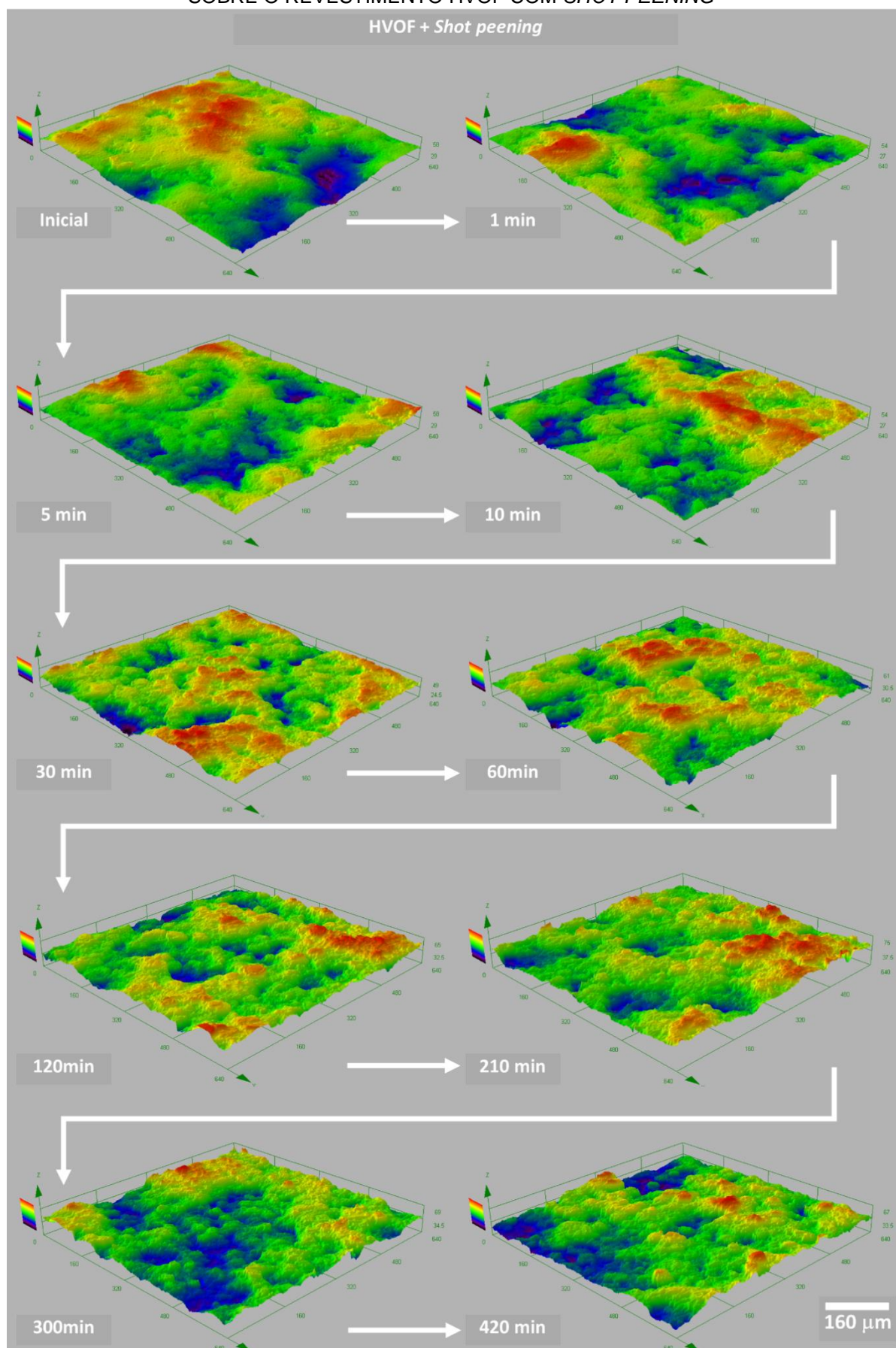


FIGURA 45 – PERFIS DE RUGOSIDADE ANTES E DURANTE ENSAIO DE CAVITAÇÃO ACELERADA SOBRE O REVESTIMENTO HVOF NA CONDIÇÃO POLIDO



FONTE: O autor (2016).

FIGURA 46 – PERFIS DE RUGOSIDADE ANTES E DURANTE ENSAIO DE CAVITAÇÃO ACELERADA SOBRE O REVESTIMENTO HVOF COM *SHOT PEENING*

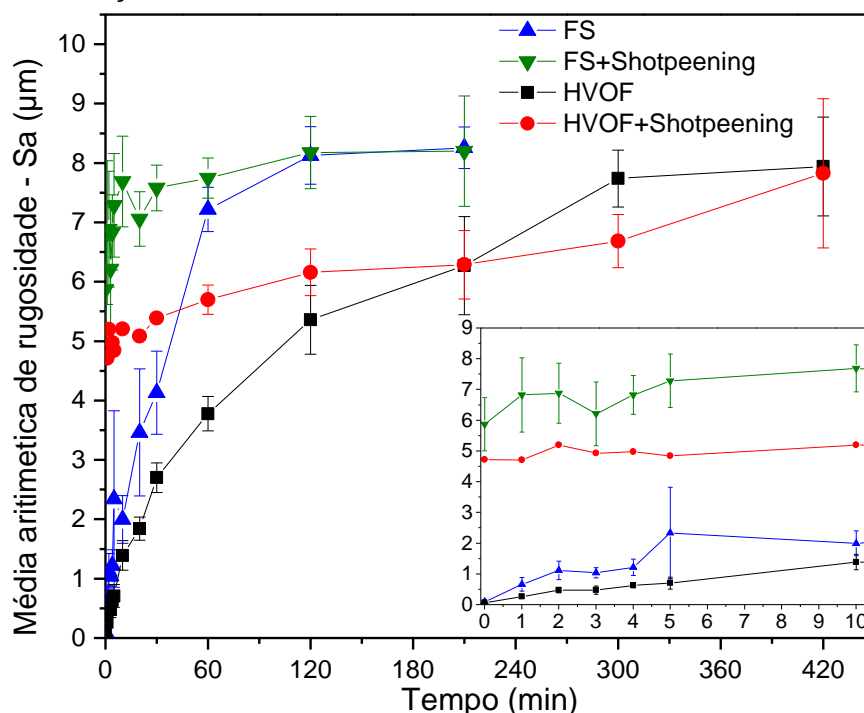


FONTE: O autor (2016).

Juntamente com os perfis, foram obtidos os parâmetros de rugosidade em 3D. Estes parâmetros permitem avaliar quantitativamente como a erosão por cavitação afeta a rugosidade dos revestimentos.

A análise da rugosidade média  $S_a$  (Figura 47) mostra que os revestimentos de HVOF apresentam um aumento de rugosidade mais lento e crescente, mesmo após 420 minutos. Os revestimentos FS atingem o máximo valor de  $S_a$  em 120 min e mantêm esse valor até o fim do ensaio. O detalhe da Figura 47 mostra os primeiros 10 minutos de ensaio, onde é visto claramente que os revestimentos tratados por *shot peening* apresentam a característica esperada de  $S_a$  inicial mais elevada, não apresentando grande aumento deste parâmetro ao longo do ensaio, quando comparado ao grande aumento observado na condição polido.

FIGURA 47 – EVOLUÇÃO DA RUGOSIDADE  $S_a$  DURANTE O ENSAIO DE CAVITAÇÃO ACELERADA

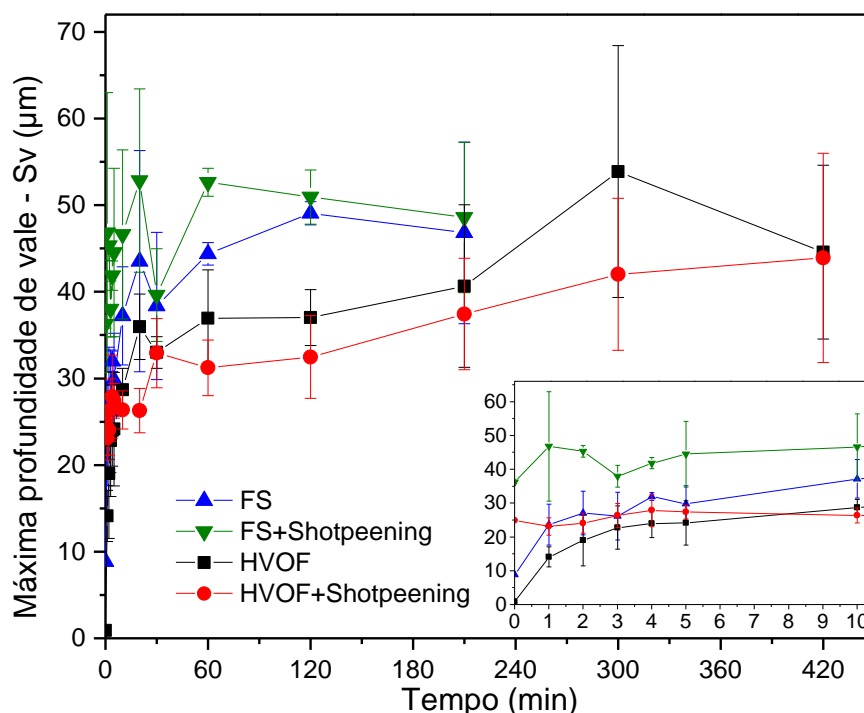


FONTE: O autor (2016).

Os resultados da rugosidade  $S_a$  também mostram que há uma tendência dos valores se igualarem com o andamento do ensaio, isto ocorre claramente nos revestimentos FS, sendo os valores muito próximos a partir de 60 minutos. Já para o HVOF isso começa a ocorrer a partir de 120 minutos. Este comportamento mostra que, independente da condição de rugosidade inicial, os revestimentos apresentam a mesma tendência em relação à rugosidade  $S_a$ .

Conforme observado nos perfis de rugosidade, o surgimento de vales ocorre gradativamente com o desenvolvimento do ensaio. Porém, não há um grande aumento da profundidade dos vales. Isso pode ser observado na Figura 48, que mostra os resultados do parâmetro de rugosidade Sv. Nestes resultados é mostrado que a partir de 60 minutos, para todos os revestimentos, não há um grande aumento de profundidade dos vales. Sendo que os vales mais profundos ocorrem nos revestimentos FS.

FIGURA 48 – EVOLUÇÃO DA RUGOSIDADE Sv DURANTE O ENSAIO DE CAVITAÇÃO ACELERADA



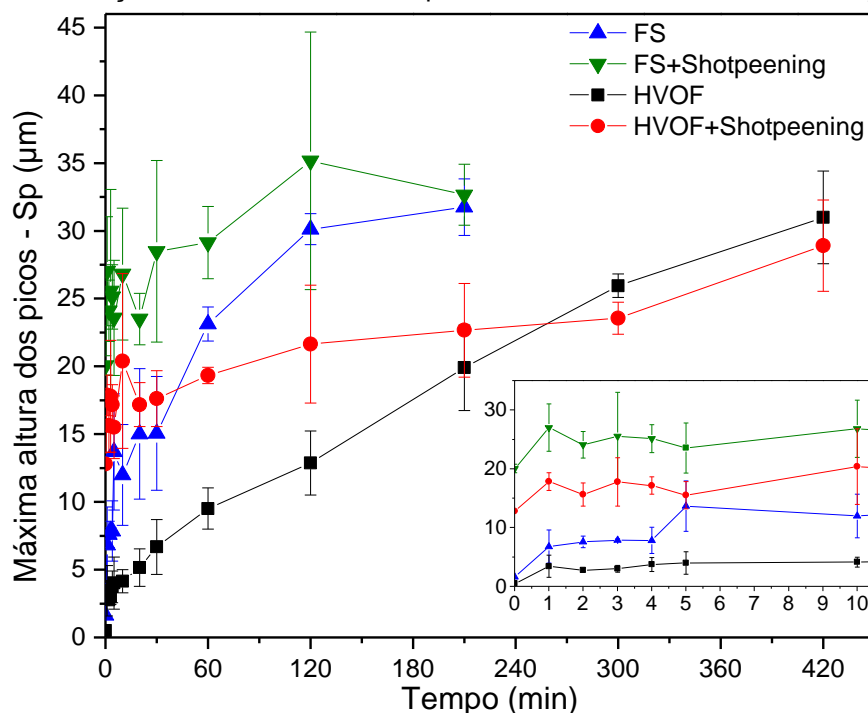
FONTE: O autor (2016).

O detalhe da Figura 48 mostra que, nos revestimentos de HVOF, com e sem *shot peening*, a profundidade dos vales apresentam valores próximos a partir de 2 minutos, mantendo um comportamento similar durante todo o ensaio, salvo o ponto em 300 minutos que apresenta um desvio padrão elevado.

Já os revestimentos FS apresentam valores de profundidade de vales um pouco diferentes, sendo mais profundos os vales do FS+*shot peening* até 60 minutos de ensaio, a partir de 120 minutos os valores de Sv são muito próximos.

Com o surgimento e aumento da quantidade de vales, do ponto de vista dos parâmetros de rugosidade, significa que vão surgindo e aumentando o tamanho dos picos. A Figura 49 mostra os resultados de altura dos picos (Sp), onde é visto que há uma maior altura de picos nos revestimentos FS, sendo os valores máximos alcançados em 120 minutos, tendendo a se manterem.



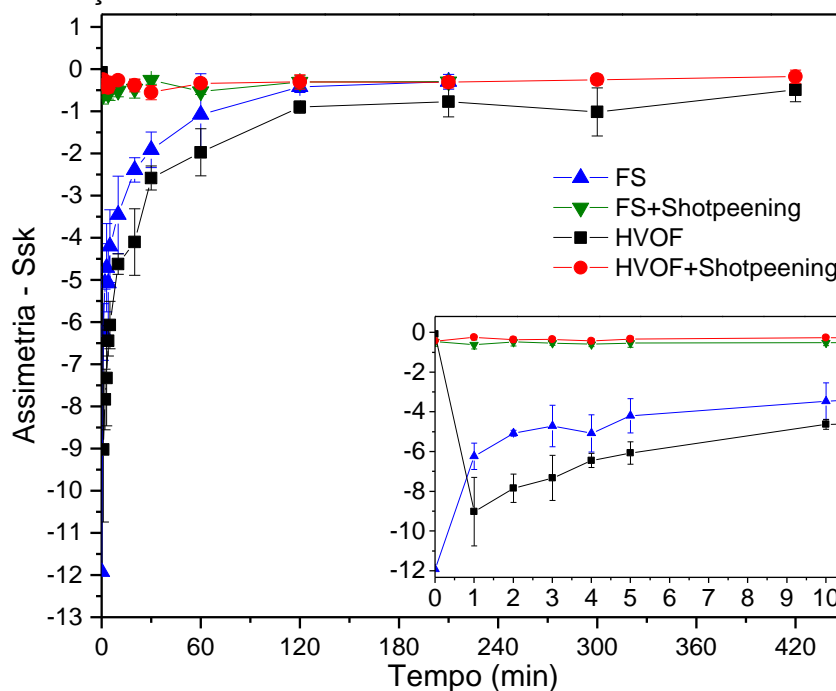
FIGURA 49 – EVOLUÇÃO DA RUGOSIDADE  $S_p$  DURANTE O ENSAIO DE CAVITAÇÃO ACELERADA

FONTE: O autor (2016).

Para os revestimentos de HVOF, os picos apresentaram crescimento durante todo o ensaio, porém com uma velocidade mais lenta que os picos dos revestimentos FS. Esse comportamento confirma a observação feita sobre os perfis de rugosidade, onde foi visto que nos revestimentos FS até 120 minutos ainda havia regiões com a superfície inicial polida, bem como para os revestimentos HVOF, que após 420 minutos ainda estavam presentes áreas polidas.

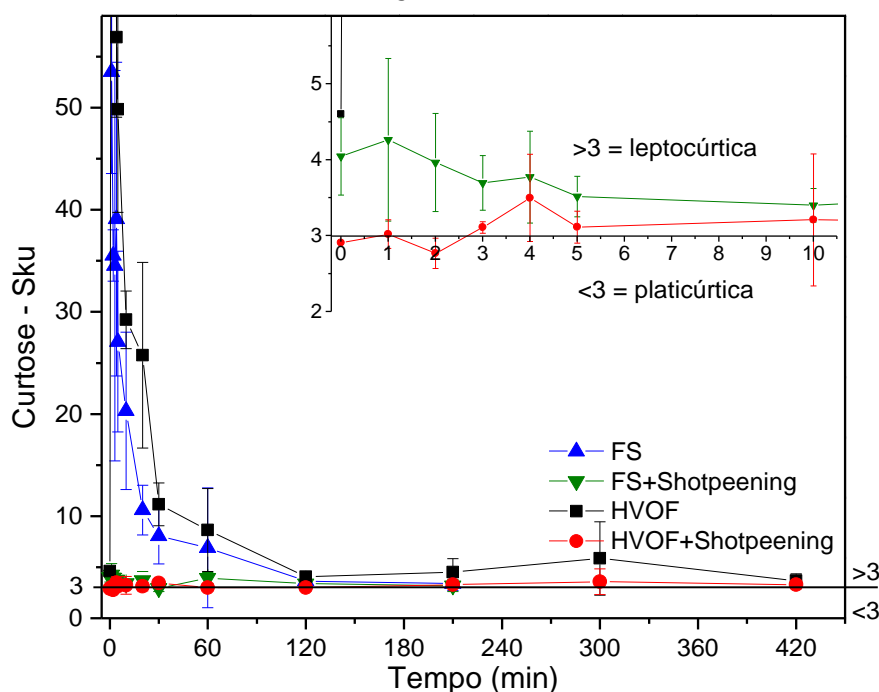
O comportamento de surgimento dos vales também pode ser observado pelo parâmetro de assimetria ( $S_{sk}$ ), que diferente de  $S_v$  e  $S_p$ , mostra a densidade da relação entre picos e vales. A Figura 50 mostra os resultados de  $S_{sk}$ , onde é possível observar que, no início do ensaio de cavitação, há uma assimetria negativa que vai diminuindo com o decorrer do ensaio. Isso mostra que nos primeiros instantes, visto no detalhe da Figura 50, há o surgimento de uma grande quantidade de vales, e que com a evolução do teste, a densidade desses vales vai diminuindo conforme os picos vão se formando.

A partir de 120 minutos, os revestimentos polidos já apresentam uma assimetria negativa muito pequena, indicando que há uma tendência de homogeneidade entre a densidade de picos e vales. Salvo o revestimento HVOF, o qual apresenta uma leve assimetria negativa devido aos resquícios da superfície inicial polida.

FIGURA 50 – EVOLUÇÃO DA RUGOSIDADE  $S_{sk}$  DURANTE O ENSAIO DE CAVITAÇÃO ACELERADA

FONTE: O autor (2016).

Outro parâmetro de rugosidade que mede a densidade do perfil é a curtose ( $S_{ku}$ ), porém neste caso é indicado a densidade em relação à quantidade de picos e vales na área analisada. A Figura 51 mostra os resultados de  $S_{ku}$ , onde é visto que os revestimentos polidos apresentam uma distribuição leptocúrtica bem acentuada, gerado pelo surgimento dos vales, isso significa que há muitos vales.

FIGURA 51 – EVOLUÇÃO DA RUGOSIDADE  $S_{ku}$  DURANTE O ENSAIO DE CAVITAÇÃO ACELERADA

FONTE: O autor (2016).

Já os revestimentos com *shot peening* mostram um comportamento com uma distribuição leptocúrtica muito próxima do valor 3, sendo esta uma distribuição próxima da normal, ou seja, uma densidade de picos e vales equilibrada. Essa distribuição se mantém, em todos os revestimentos, a partir de 120 minutos, mostrando que a relação da densidade de picos e vales se mantém equilibrada durante o ensaio.

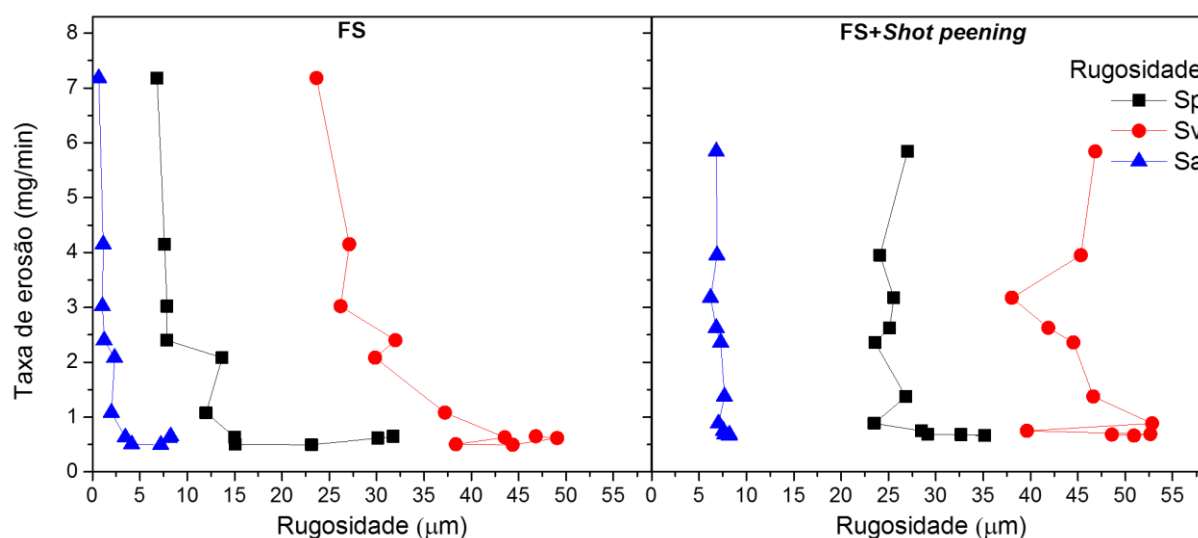
Os resultados de rugosidade Ssk e Sku, mostram que os perfis de rugosidade tendem a atingir uma condição de equilíbrio, mantendo a rugosidade homogênea durante a erosão por cavitação, ou seja, não há a formação generalizada de vales, tão pouco seu aumento de profundidade localizado.

### 7.3.3 Relação da taxa de erosão com a rugosidade

Para analisar o comportamento da erosão por cavitação com as alterações de rugosidade durante o ensaio, foram relacionados os dados de taxa de erosão instantânea (pontual) com os parâmetros de rugosidade Sa, Sp e Sv. A Figura 52 e Figura 53 mostram essas relações, onde é possível observar que há uma tendência de estabilizar a taxa de erosão independente do aumento de rugosidade.

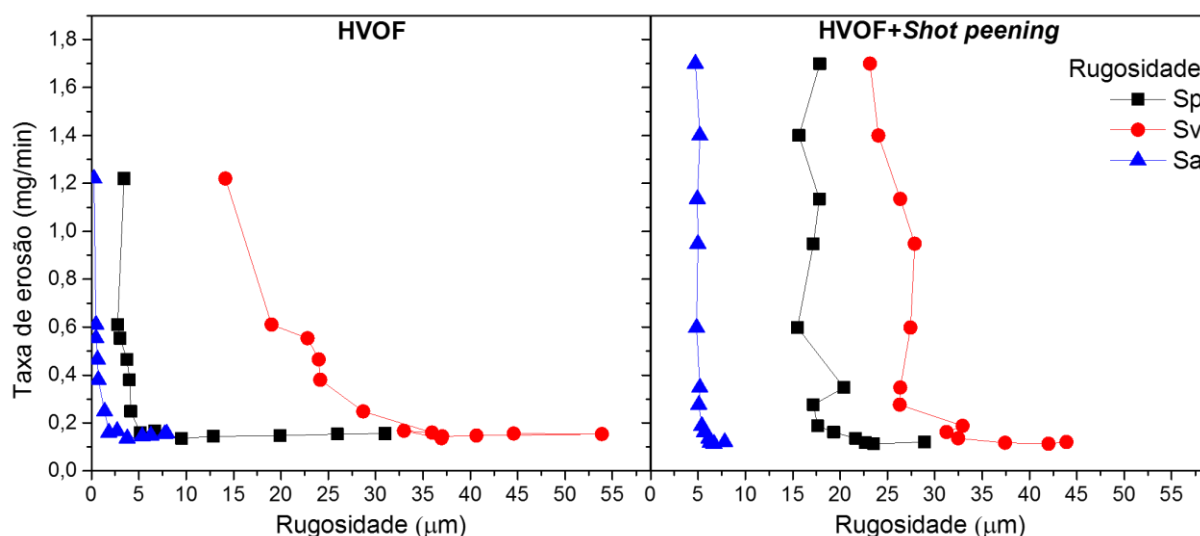
Esse comportamento mostra que, mesmo com o aumento da área superficial exposta a cavitação, gerado pelo aumento da rugosidade, não há um aumento da taxa de erosão, isso confere uma característica muito importante aos revestimentos aplicados por aspersão térmica, pois mostra que a capacidade de resistir à erosão não é afetada pelo acabamento do revestimento.

FIGURA 52 – RELAÇÃO DA TAXA DE EROSÃO INSTANTÂNEA COM A RUGOSIDADE DOS REVESTIMENTOS POR FS-PÓ



FONTE: O autor (2016).

FIGURA 53 – RELAÇÃO DA TAXA DE EROÇÃO INSTANTÂNEA COM A RUGOSIDADE DOS REVESTIMENTOS POR HVOF



FONTE: O autor (2016).

O comportamento da rugosidade em função da taxa de erosão para os revestimentos FS (Figura 52) é um pouco diferente quando comparado com os de HVOF, sendo que a variabilidade dos valores dos parâmetros de rugosidade são menores. Essa menor variabilidade, principalmente no revestimento polido, é devido a esses revestimentos terem atingido antes uma condição de equilíbrio de rugosidade, porém com taxas de erosão maiores.

O revestimento de HVOF polido (Figura 53) mostra que apesar da taxa de erosão ter estabilizado, ainda há aumento de tamanho de picos e vales, isso ocorre, pois mesmo após 420 minutos de ensaio ainda havia áreas contendo a superfície inicial polida, portanto a rugosidade ainda não estava totalmente em regime de equilíbrio.

#### 7.3.4 Caracterização por microscopia eletrônica de varredura (MEV)

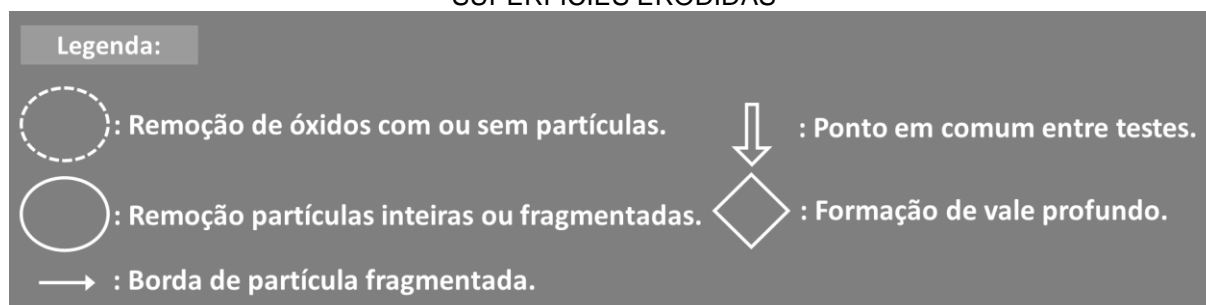
O acompanhamento por MEV das superfícies erodidas por cavitação permitiu visualizar detalhadamente a forma com que a perda de massa ocorreu, sendo possível caracterizar os mecanismos de erosão sobre os revestimentos depositados por FS-pó e HVOF, com e sem *shot peening*.

Devido ao grande número de imagens geradas durante os ensaios (16x2 ensaios de FS + 23x2 ensaio de HVOF totalizando 78 análises) foi definido um padrão de apresentação dos resultados, em função dos tempos de ensaio que mostram os efeitos da erosão e representam os demais tempos dos testes, sendo eles 2 e 3 minutos, que mostram os efeitos do início da perda de massa, posteriormente 20, 30 e 60 minutos,

que mostram uma erosão mais avançada e ainda permitiam a identificação da mesma região erodida, e em detalhe com maior ampliação os tempos 5, 10, 20 e 30 minutos.

Foi necessária uma legenda de símbolos para facilitar a caracterização e discussão dos resultados de MEV, esse padrão se aplica em todas as imagens e está apresentado na Figura 54.

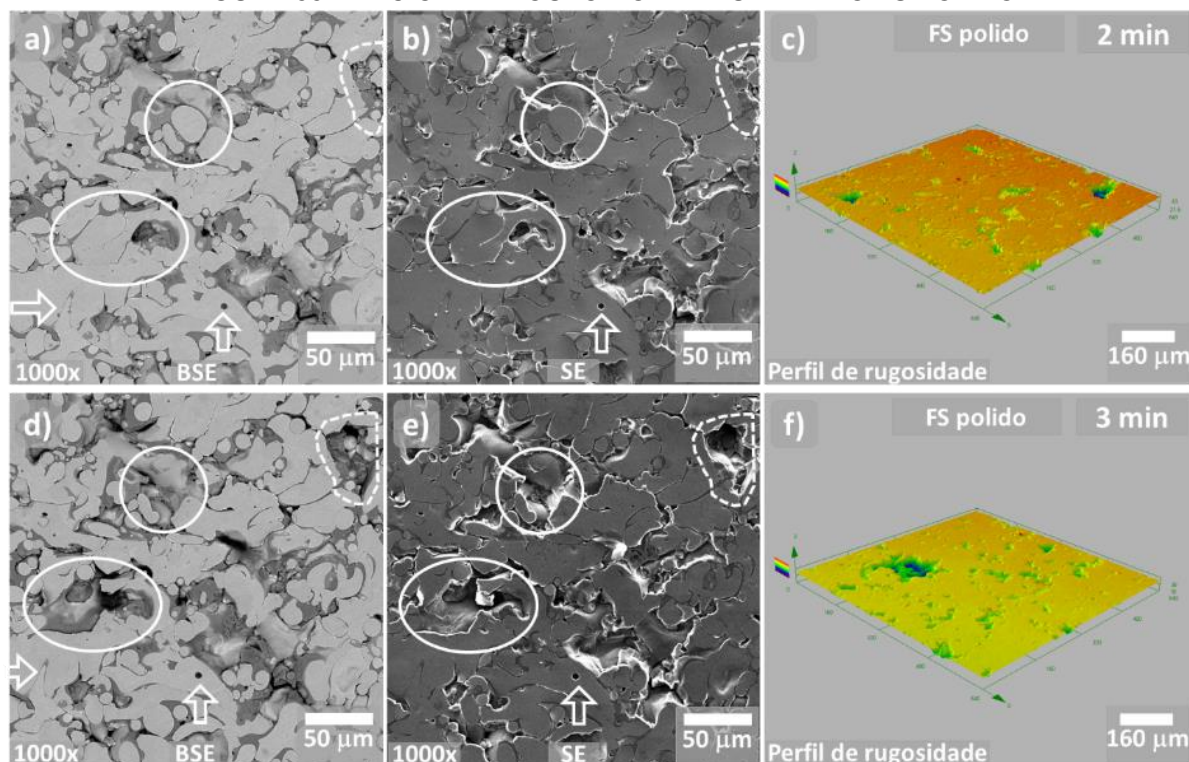
FIGURA 54 – LEGENDA DOS SÍMBOLOS UTILIZADOS PARA AS ANÁLISES DOS MEVS DAS SUPERFÍCIES ERODIDAS



FONTE: O autor (2016).

A Figura 55 mostra o início da erosão, entre 2 e 3 minutos de ensaio do revestimento depositado por FS-pó, na condição inicial polido, onde ainda pode ser visto que a maior parte da superfície continua na condição inicial, mas já apresenta a remoção de óxidos e algumas partículas inteiras.

FIGURA 55 – INÍCIO DA EROSÃO NO REVESTIMENTO FS POLIDO



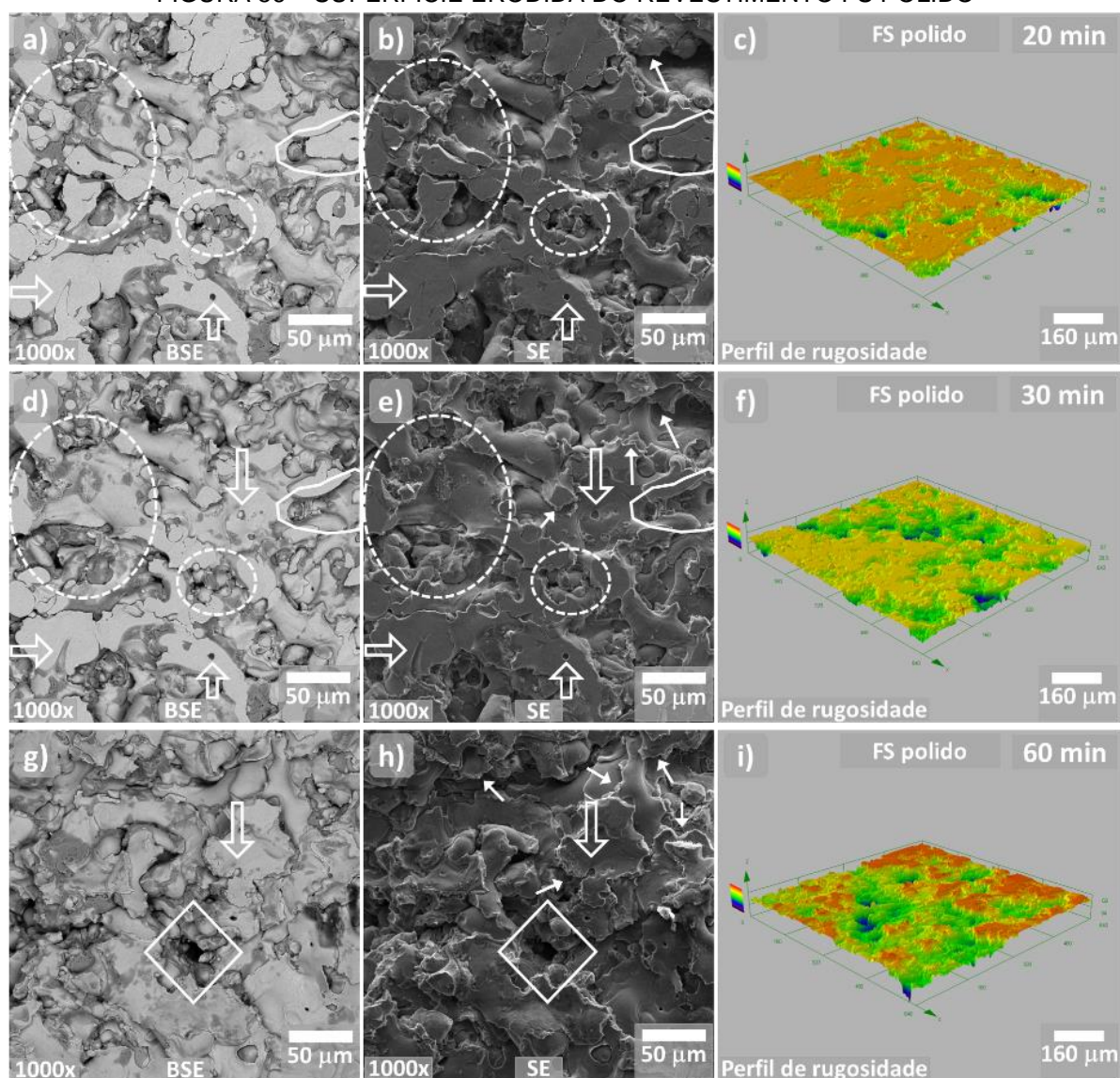
FONTE: O autor (2016).

Em (a), (b) e (c) MEV-BSE, MEV-SE e perfil de rugosidade após 2 minutos de ensaio.  
Em (d), (e) e (f) MEV-BSE, MEV-SE e perfil de rugosidade após 3 minutos de ensaio.



A Figura 56 mostra a continuação da erosão, entre 20, 30 e 60 minutos de ensaio, onde ainda pode ser visto que há uma parte da superfície inicial polida. Entre 20 e 30 minutos continua a remoção de óxidos e partículas inteiras, também são observadas partículas/panquecas com as bordas fragmentadas. Entre 30 e 60 minutos a erosão é generalizada, expondo novas camadas de óxidos e partículas, muitas panquecas com as bordas fragmentadas, bem como a formação de vales mais profundos, que possivelmente eram áreas compostas por óxidos e poros.

FIGURA 56 – SUPERFÍCIE ERODIDA DO REVESTIMENTO FS POLIDO



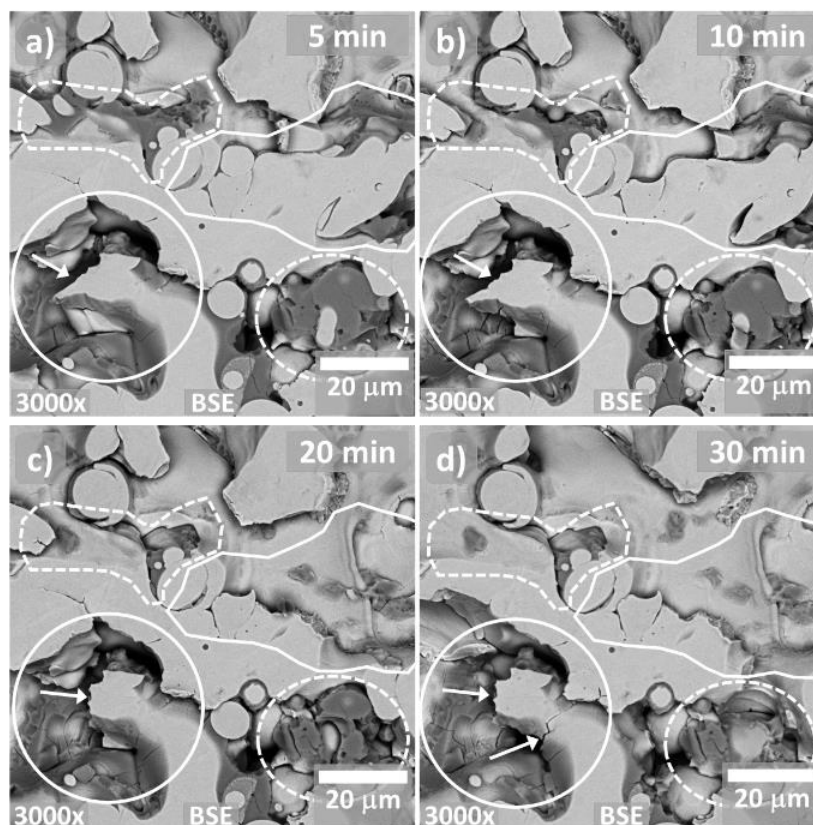
FONTE: O autor (2016).

Em (a), (b) e (c) imagens após 20 minutos de ensaio. Em (d), (e) e (f) imagens após 30 minutos de ensaio. Em (g), (h) e (i) imagens após 60 minutos de ensaio.

Nos intervalos de tempo de análises de 1 minuto, é perceptível que a remoção de material expõe uma nova área rica em óxidos, que supostamente são de menor

aderência. No entanto, não é visto que a erosão seja predominantemente nos óxidos, pois no decorrer do ensaio as regiões de fase metálica são removidas juntamente com os óxidos, conforme pode ser visto na Figura 57, que mostra com maior ampliação a mesma área da Figura 55. Sendo assim, os óxidos que envolvem as panquecas, conforme visto na caracterização da morfologia, criam uma interface frágil, fazendo com que a aderência destas diminua e sejam arrancadas.

FIGURA 57 – DETALHE DA EROSÃO NO REVESTIMENTO FS POLIDO



FONTE: O autor (2016).

Em (a), (b), (c) e (d) imagens de MEV-BSE com 3000x de ampliação após 5, 10, 20 e 30 minutos de ensaio, respectivamente.

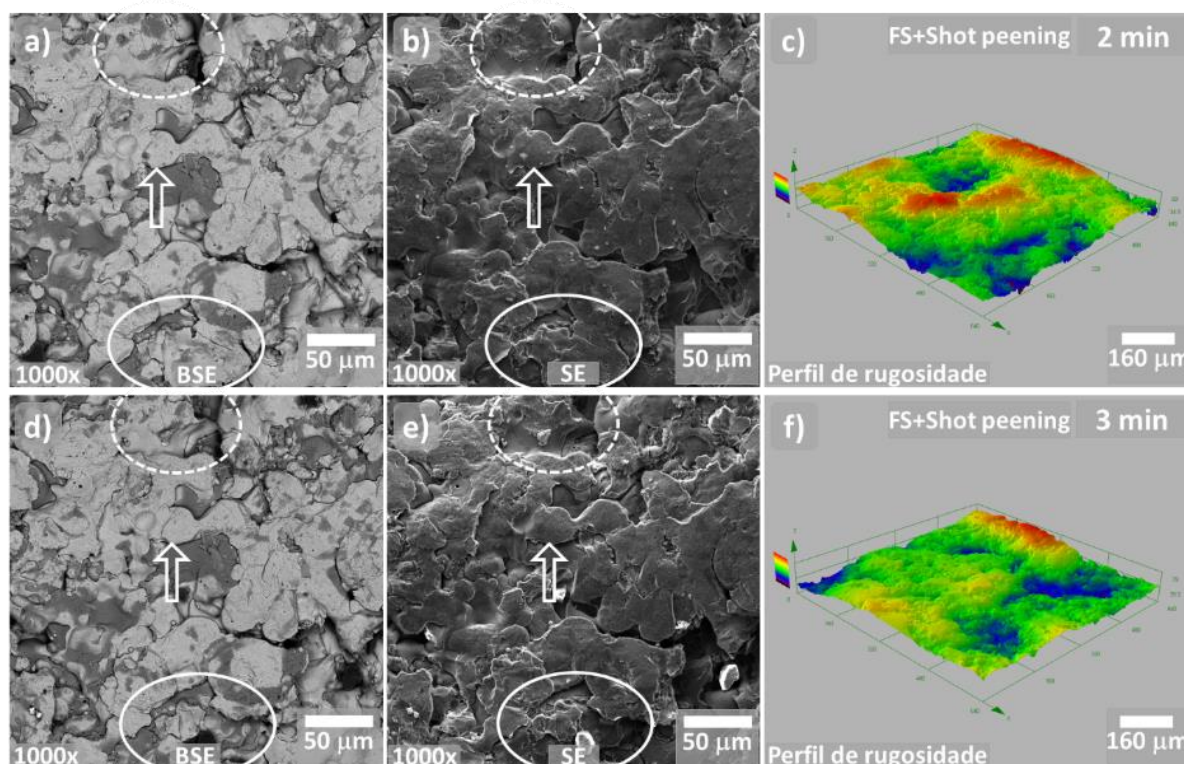
Na Figura 57 foram observadas trincas, além de fragmentação das bordas das panquecas, o que mostra que a estrutura morfológica de panquecas alongadas, gerada pelo processo FS-pó, é susceptível a fadiga gerada pela sucessão de ondas de choques causadas pela implosão das bolhas (cavitação), este mecanismo se assemelha parcialmente com o proposto por Hou, et al., (2014), descrito na Figura 16 (b).

Portanto, os mecanismos que atuam na erosão da morfologia dos revestimentos obtidos por FS-pó são: remoção de óxidos; fragilização e fragmentação das bordas das panquecas; remoção de panquecas inteiras.

No trabalho de Pukasiewicz (2008), onde foram estudadas ligas muito similares a estudadas nesta tese, e a morfologia obtida pela deposição por ASP foi similar à obtida aqui por FS-pó, os mecanismos de erosão foram muito similares, onde a perda de massa foi principalmente por destacamento das lamelas, indicando que a região oxidada interlamelar apresenta menor resistência que a fase metálica das lamelas depositadas.

A Figura 58 mostra o início da erosão, entre 1 e 2 minutos de ensaio do revestimento depositado por FS-pó, com tratamento de *shot peening*, onde ainda pode ser visto que a maior parte da superfície continua na condição inicial, caracterizado pelas partículas de aspecto lamelar, mas já apresenta o remoção de óxidos e algumas partículas inteiras.

FIGURA 58 - INICIO DA EROSIÃO NO REVESTIMENTO FS COM *SHOT PEENING*



FONTE: O autor (2016).

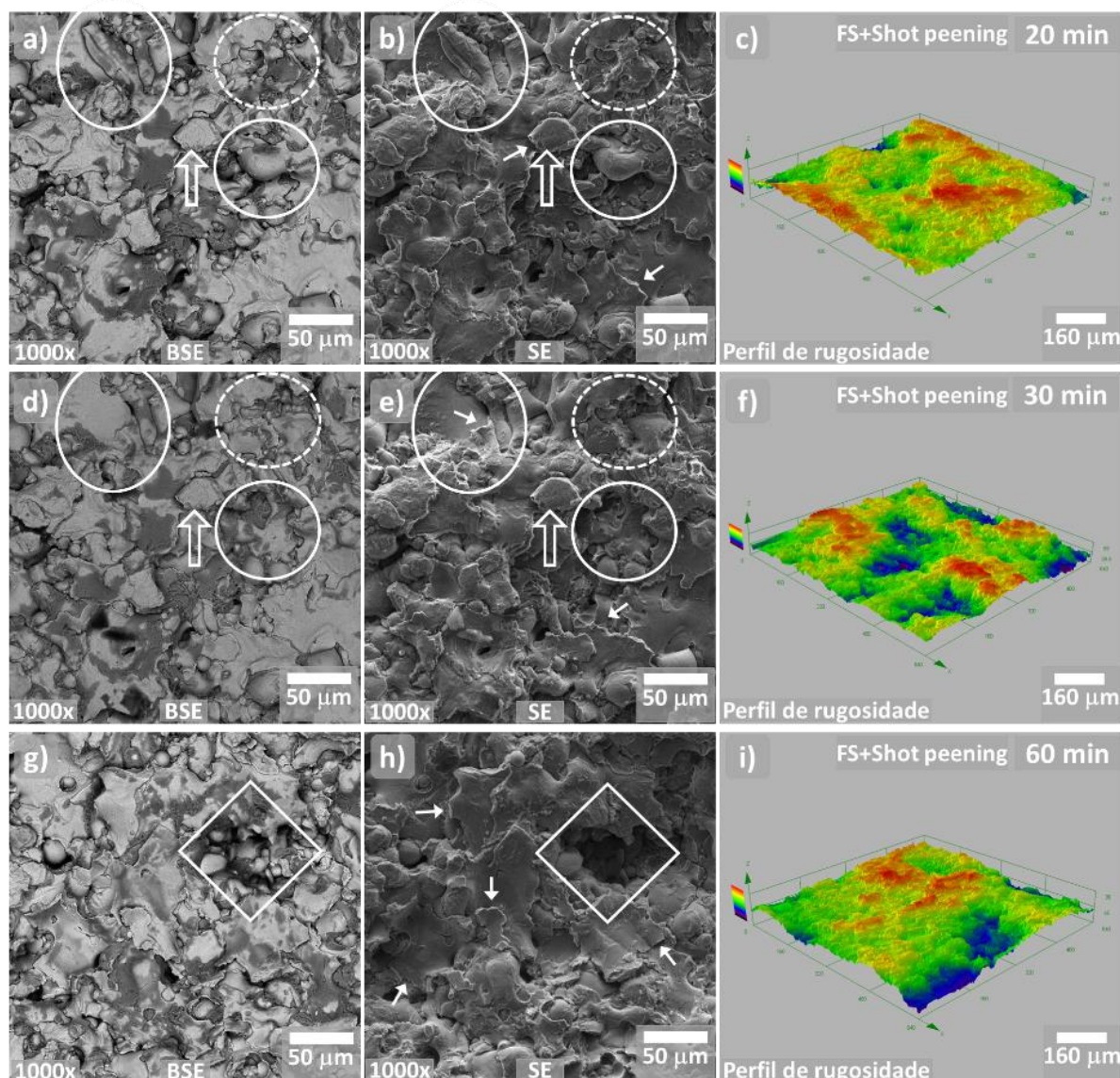
Em (a), (b) e (c) MEV-BSE, MEV-SE e perfil de rugosidade após 2 minutos de ensaio.

Em (d), (e) e (f) MEV-BSE, MEV-SE e perfil de rugosidade após 3 minutos de ensaio.

A Figura 59 mostra a continuação da erosão, entre 20, 30 e 60 minutos de ensaio, onde já não há áreas onde pode ser visto superfície inicial, o que explica o início acelerado da perda de massa observada neste revestimento. Entre 20 e 30 minutos continua a remoção de óxidos e partículas inteiras, bem como a fragmentação das bordas de partículas e panquecas.



FIGURA 59 - SUPERFÍCIE ERODIDA DO REVESTIMENTO FS COM SHOT PEENING



FONTE: O autor (2016).

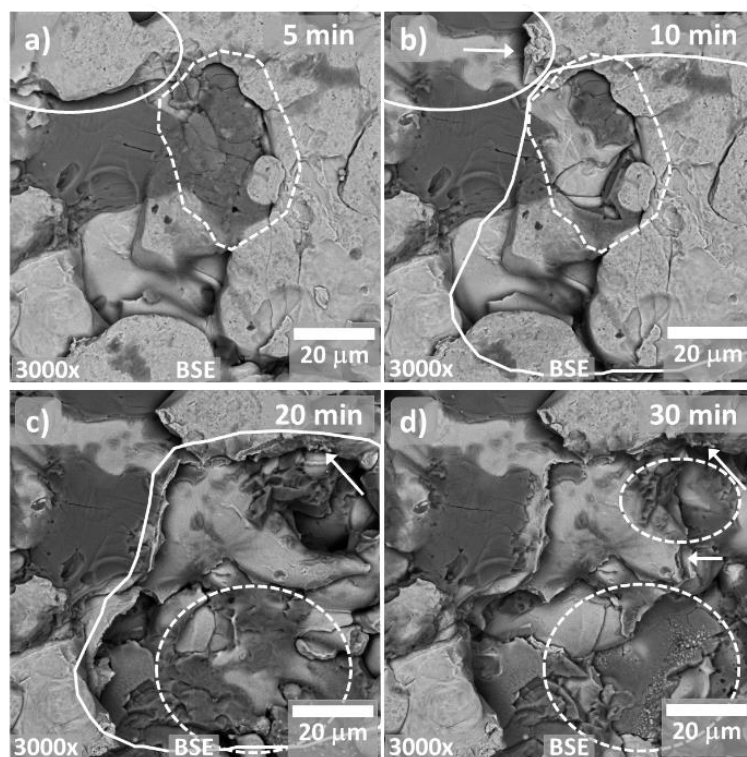
Em (a), (b) e (c) imagens após 20 minutos de ensaio. Em (d), (e) e (f) imagens após 30 minutos de ensaio. Em (g), (h) e (i) imagens após 60 minutos de ensaio.

Entre 30 e 60 minutos já se observa uma erosão generalizada, expondo novas camadas de óxidos e partículas, novamente neste tempo ocorre a formação de vales mais profundos, aumenta a quantidade de partículas e panquecas com bordas fragmentadas.

O revestimento FS-pó com *shot peening* apresentaram os mesmos mecanismos de erosão observados na condição sem *shot peening*. No entanto, a Figura 60 (maior ampliação a região central da Figura 58) mostra onde houve a remoção um grande conjunto de panquecas (entre a Figura 60(b) e (c)), o que não foi observado no revestimento sem *shot peening*, para os mesmos tempos. Novamente é reforçada a explicação da maior taxa de erosão inicial, onde é visto que as primeiras camadas, as

quais receberam os impactos das esferas, apresentam uma maior facilidade de serem removidas pela cavitação.

FIGURA 60 - DETALHE DA EROSÃO NO REVESTIMENTO FS COM *SHOT PEENING*

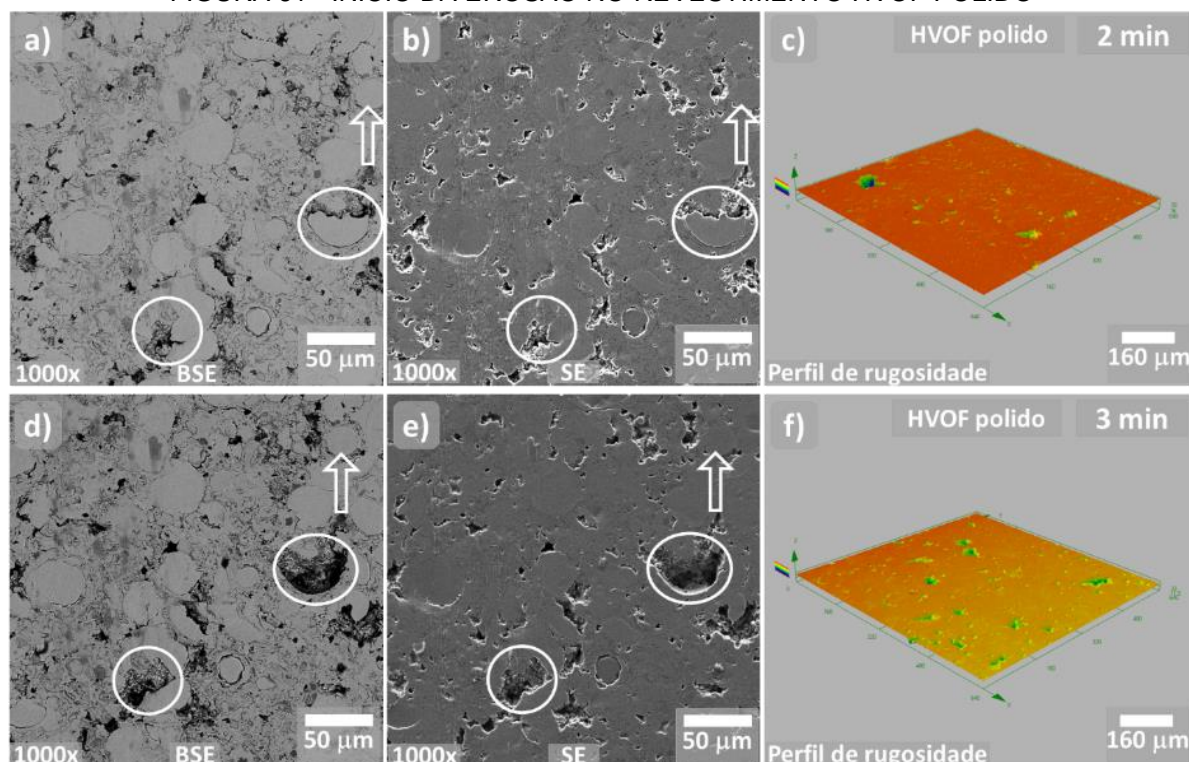


FONTE: O autor (2016).

Em (a), (b), (c) e (d) imagens de MEV-BSE com 3000x de ampliação após 5, 10, 20 e 30 minutos de ensaio, respectivamente.

A Figura 61 mostra o início da erosão, entre 2 e 3 minutos de ensaio do revestimento depositado por HVOF, na condição inicial polido, onde ainda pode ser visto que a maior parte da superfície continua na condição inicial, mas já apresenta a remoção de algumas partículas inteiras. É possível observar que há pequenos pontos de remoção de material localizados nas regiões da estrutura lamelar refinada, que é mais rica em óxidos interlamelares.

FIGURA 61 - INICIO DA EROSÃO NO REVESTIMENTO HVOF POLIDO



FONTE: O autor (2016).

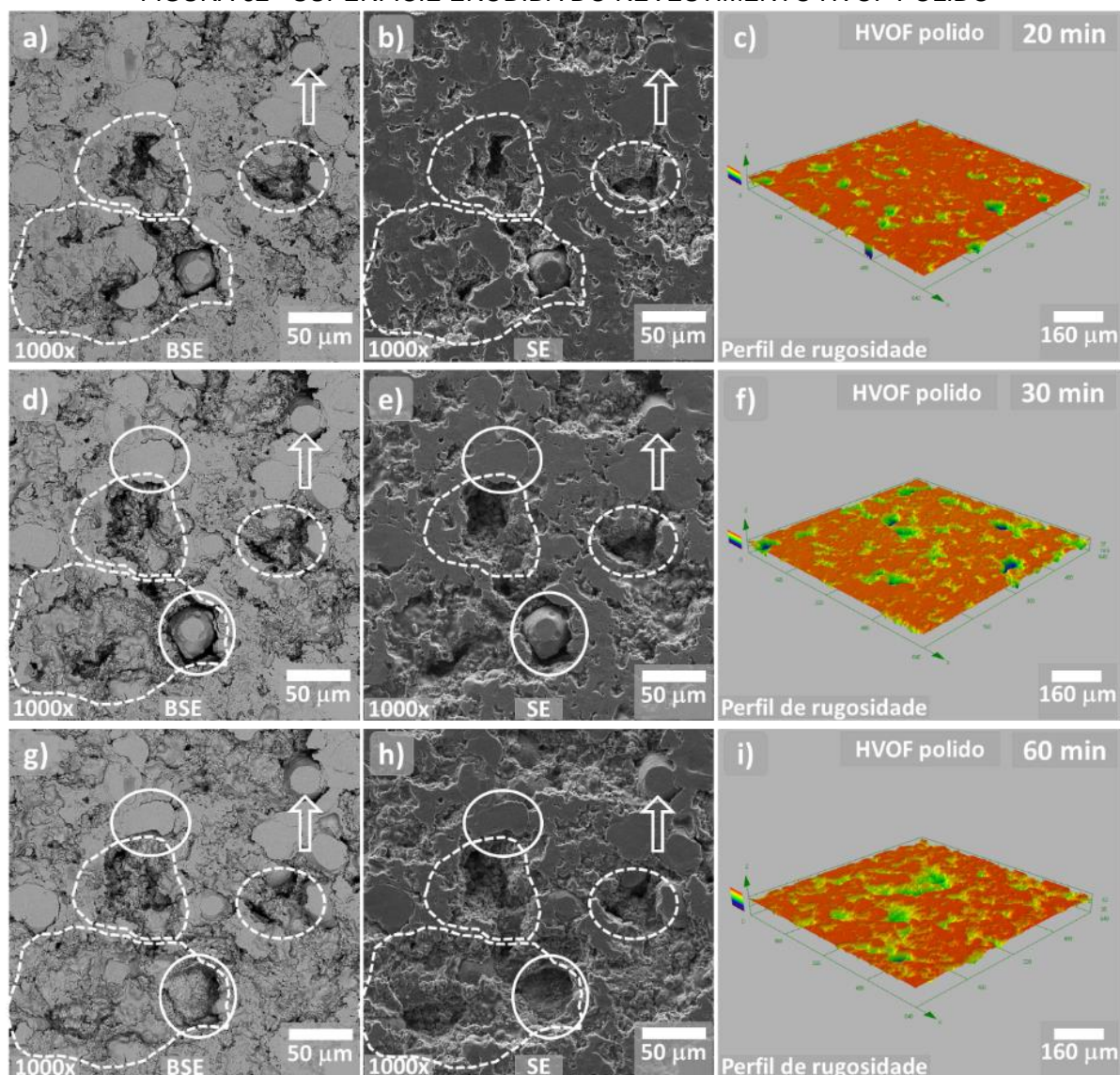
Em (a), (b) e (c) MEV-BSE, MEV-SE e perfil de rugosidade após 2 minutos de ensaio.

Em (d), (e) e (f) MEV-BSE, MEV-SE e perfil de rugosidade após 3 minutos de ensaio.

A Figura 62 mostra a continuação da erosão, entre 20, 30 e 60 minutos de ensaio, onde ainda pode ser visto que há uma parte da superfície inicial polida. Entre 20 e 30 minutos continua a remoção de óxidos e partículas inteiras, neste caso não são identificadas partículas/panquecas fragmentadas, sendo que a remoção de material ocorre principalmente nas áreas onde há estrutura lamelar refinada. Entre 30 e 60 minutos já se observa uma erosão generalizada, principalmente nas regiões em volta das partículas maiores. Em 60 minutos é visto que partículas grandes são removidas devido à erosão em sua volta.



FIGURA 62 - SUPERFÍCIE ERODIDA DO REVESTIMENTO HVOF POLIDO

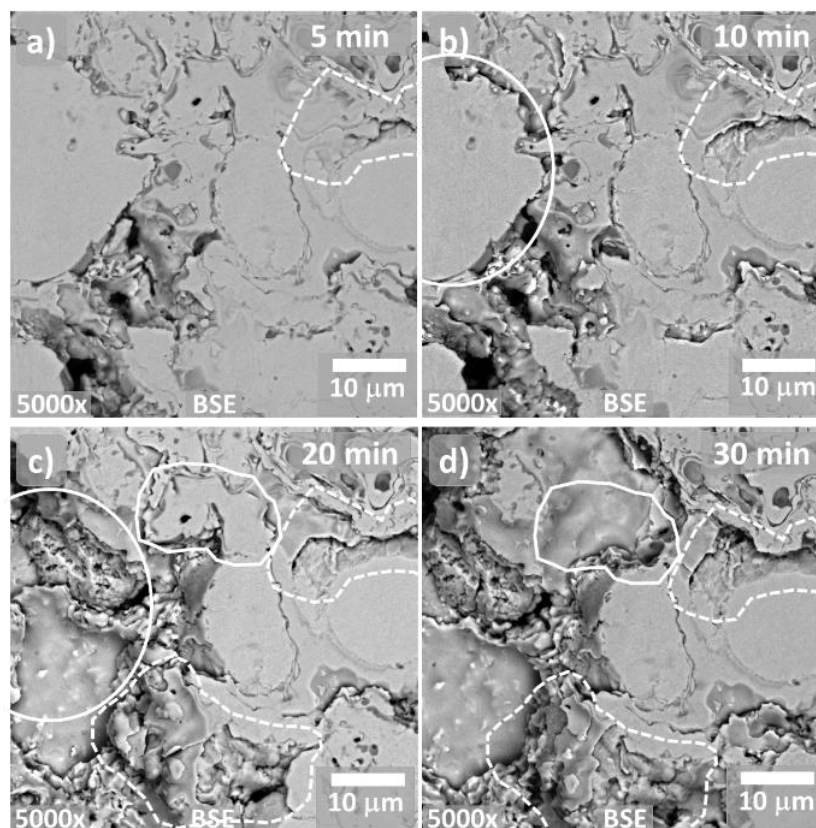


FONTE: O autor (2016).

Em (a), (b) e (c) imagens após 20 minutos de ensaio. Em (d), (e) e (f) imagens após 30 minutos de ensaio. Em (g), (h) e (i) imagens após 60 minutos de ensaio.

Diferente dos revestimentos FS-pó, nos revestimentos HVOF, nos intervalos de tempo de análises de 1 minuto, é perceptível que a remoção de partículas expõe uma nova área composta pela estrutura lamelar refinada, que supostamente é mais aderente que somente os óxidos. Portanto, é visto que a erosão ocorre preferencialmente nessas áreas, apesar de, no decorrer do ensaio ocorrer a remoção de partículas maiores, conforme por ser visto na Figura 63, que mostra com maior ampliação a mesma área da Figura 61.

FIGURA 63 - DETALHE DA EROSÃO NO REVESTIMENTO HVOF POLIDO



FONTE: O autor (2016).

Em (a), (b), (c) e (d) imagens de MEV-BSE com 5000x de ampliação após 5, 10, 20 e 30 minutos de ensaio, respectivamente.

Sendo assim, nas regiões de estrutura lamelar refinada, que envolvem as partículas grandes, conforme visto na caracterização da morfologia, criam-se vales próximos às partículas maiores, fazendo com que a aderência destas diminua e sejam arrancadas.

Não foi observada a formação de trincas, mas há a fragmentação de pequenas lamelas, o que mostra que esta estrutura morfológica não contribui para uma alta taxa de erosão, pois a energia das ondas de choques, causadas pela implosão das bolhas (cavitação), é dissipada na remoção dessas pequenas áreas, que possuem pequena quantidade de massa.

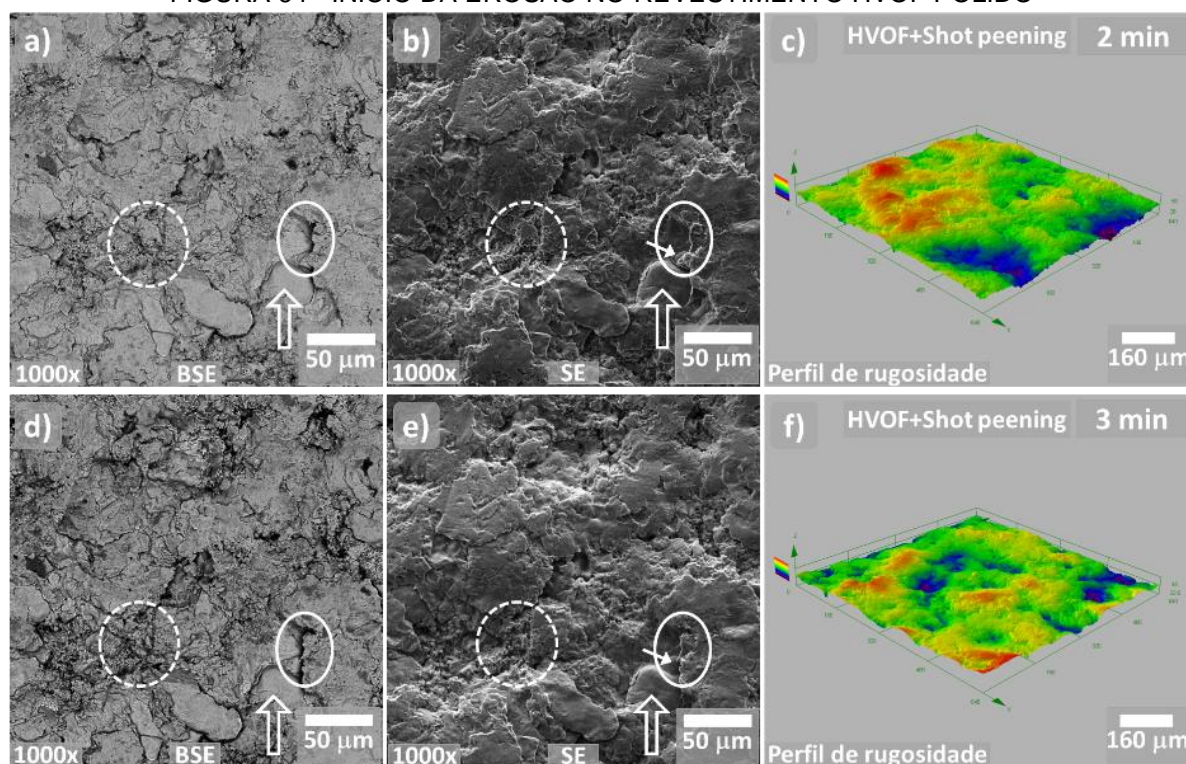
Portanto, os mecanismos que atuam na erosão sobre a morfologia do revestimento de HVOF são: fragmentação e remoção de lamelas refinadas que, consequentemente, causam a fragilização e remoção de partículas grandes.

Foram observados no trabalho de Yuping, et al., 2007, mecanismos de erosão por cavitação muito similares. Neste, o revestimento depositado por HVOF de FeCrSiBMn, de granulometria média 38 µm, porém com quantidade de Cr e B (44,7%Cr e 5,8%B) maiores do que a liga deste trabalho, apresentou perda de material preferencialmente

nas áreas ricas em partículas menores. No entanto, as condições dos testes de cavitação são diferentes, sendo realizado pelo método direto e com dimensões geométricas menores que a deste trabalho, impossibilitando a comparação das taxas de erosão.

A Figura 64 mostra o início da erosão, entre 2 e 3 minutos de ensaio do revestimento depositado por HVOF com tratamento de *shot peening*, onde ainda pode ser visto que a maior parte da superfície continua na condição inicial, caracterizado pelas partículas deformadas de aspecto lamelar, mas já apresenta o remoção de material das áreas com estrutura lamelar refinada, bem como algumas partículas inteiras e fragmentadas.

FIGURA 64 - INICIO DA EROSÃO NO REVESTIMENTO HVOF POLIDO



FONTE: O autor (2016).

Em (a), (b) e (c) MEV-BSE, MEV-SE e perfil de rugosidade após 2 minutos de ensaio.

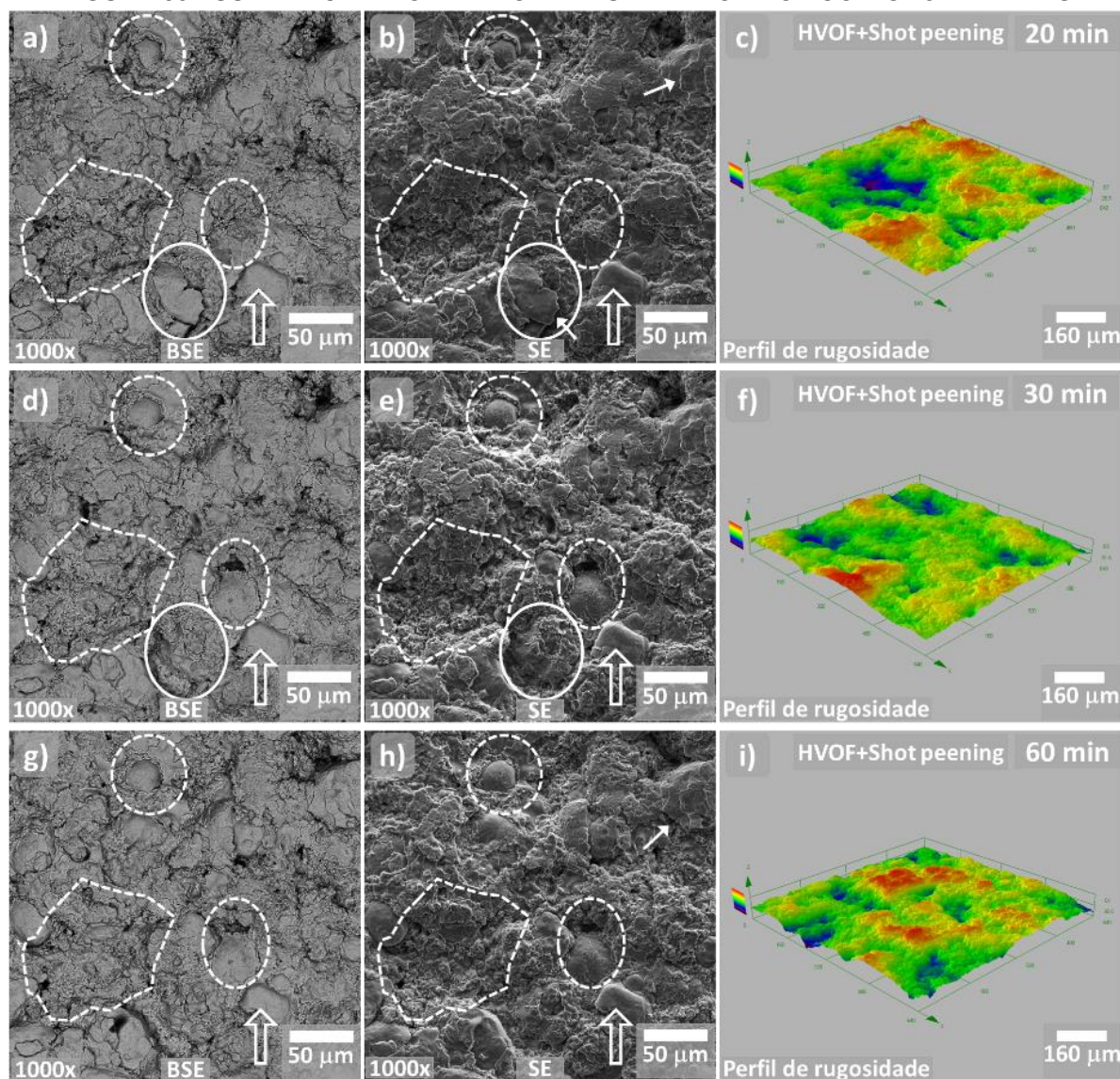
Em (d), (e) e (f) MEV-BSE, MEV-SE e perfil de rugosidade após 3 minutos de ensaio.

A Figura 65 mostra a continuação da erosão, entre 20, 30 e 60 minutos de ensaio, onde ainda é possível identificar algumas áreas da superfície inicial, porém já há perda considerável de material, assim como para o revestimento FS+*shot peening*, explica o início acelerado da perda de massa observada neste revestimento. Entre 20 e 30 minutos continua a remoção de material das áreas com estrutura lamelar refinada, bem como algumas partículas fragmentadas. Entre 30 e 60 minutos já se observa uma erosão generalizada, expondo novas camadas de óxidos e partículas, neste caso não foi



observada a formação de vales profundos, porém é visto um grande aumento da quantidade de partículas e panquecas com bordas fragmentadas nas regiões onde há estrutura lamelar refinada.

FIGURA 65 - SUPERFÍCIE ERODIDA DO REVESTIMENTO HVOF COM *SHOT PEENING*



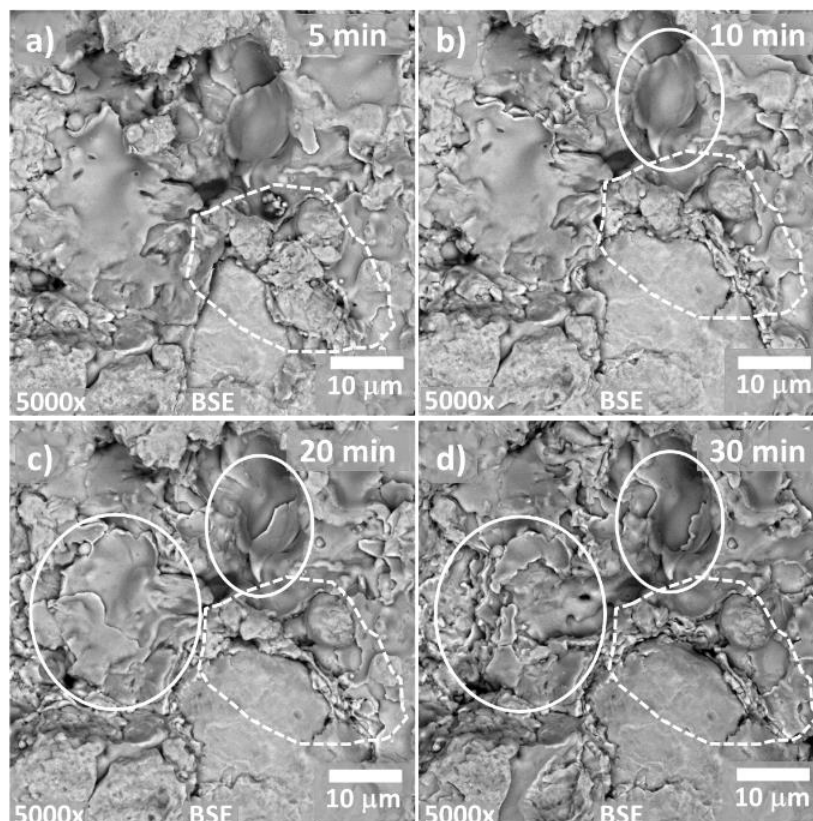
FONTE: O autor (2016).

Em (a), (b) e (c) imagens após 20 minutos de ensaio. Em (d), (e) e (f) imagens após 30 minutos de ensaio. Em (g), (h) e (i) imagens após 60 minutos de ensaio.

O revestimento HVOF com *shot peening* apresentaram os mesmos mecanismos de erosão observados na condição sem *shot peening*. No caso, a Figura 66 (maior ampliação da região central da Figura 64) mostra onde houve a remoção e fragmentação das áreas com estrutura lamelar refinada, porém não se destacam partículas grandes, de características arredondadas, reveladas após polimento. Tão pouco se destacam partículas deformadas por *shot peening*, novamente evidenciando que as primeiras

camadas que receberam os impactos das esferas de *shot peening* são removidas, justificando a maior perda de massa inicial.

FIGURA 66 - DETALHE DA EROSÃO NO REVESTIMENTO HVOF COM *SHOT PEENING*



FONTE: O autor (2016).

Em (a), (b), (c) e (d) imagens de MEV-BSE com 5000x de ampliação após 5, 10, 20 e 30 minutos de ensaio, respectivamente.

O modelo de mecanismos de erosão sugerido por Hou (2014) visto na Figura 16 (a), explica parcialmente os mecanismos para o revestimento de HVOF, onde a estrutura apresenta principalmente remoção de partículas planas (estrutura lamelar refinada) e eventuais destacamentos de partículas maiores, porém, neste caso, os poros não exercem influência devido ao baixo teor de porosidade. Porém, não é um modelo totalmente compatível com os mecanismos observados nos revestimentos de FS-pó, pois o modelo sugerido não considera a presença dos óxidos interlamelares. O referido modelo somente considera o efeito dos poros, e associa a porosidade o aumento da taxa de erosão. Porém, os resultados observados nesta tese mostram que a taxa de erosão não aumenta com o crescimento dos vales.



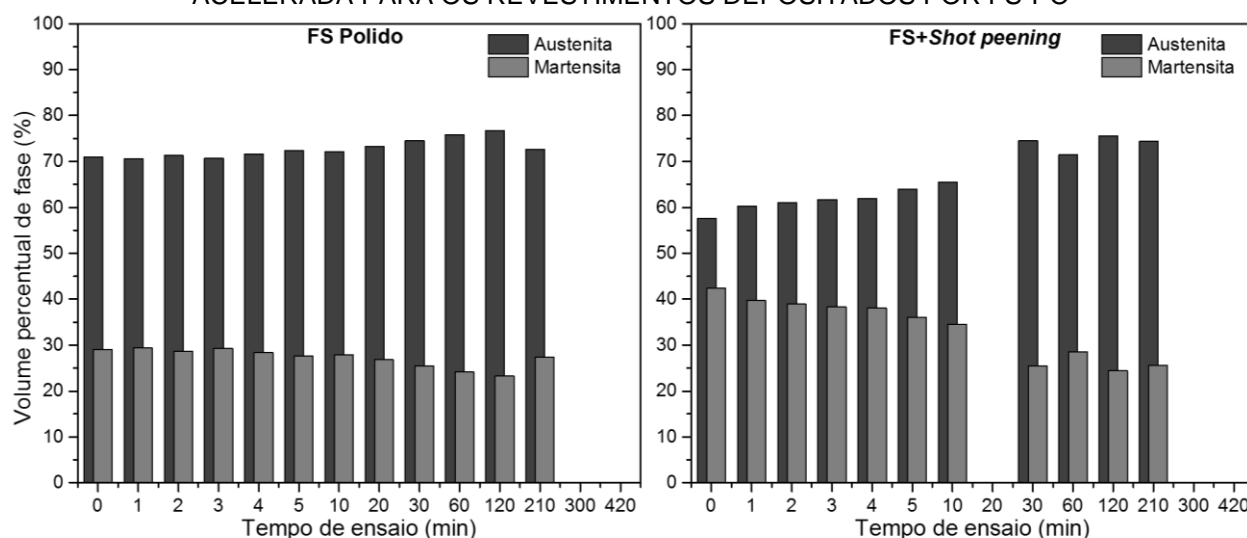
### 7.3.5 Transformações de fase durante a cavitação

As análises por DRX permitiram calcular a fração volumétrica relativa a cada uma das fases presentes nas microestruturas, que são compostas somente por austenita e martensita.

A Figura 67 mostra os resultados dessa quantificação para os revestimentos depositados por FS-pó. Nesta, pode ser visto que não há alterações significativas na proporção de fases durante todo o ensaio, ou seja, a erosão ocorre antes que o material absorva energia de impacto suficiente para haver transformação de fase.

Também é visto que na condição inicial (tempo de ensaio zero) o revestimento FS com *shot peening* apresenta uma maior quantidade de martensita, mostrando que este tratamento gerou transformações de fases. No entanto, com o desenvolvimento do ensaio de cavitação a quantidade de martensita diminui, sendo que após 30 minutos apresenta mesma quantidade que na condição sem *shot peening*, mostrando que as transformações martensíticas ocorreram somente nas primeiras camadas e que durante o ensaio também não houve transformação de fase.

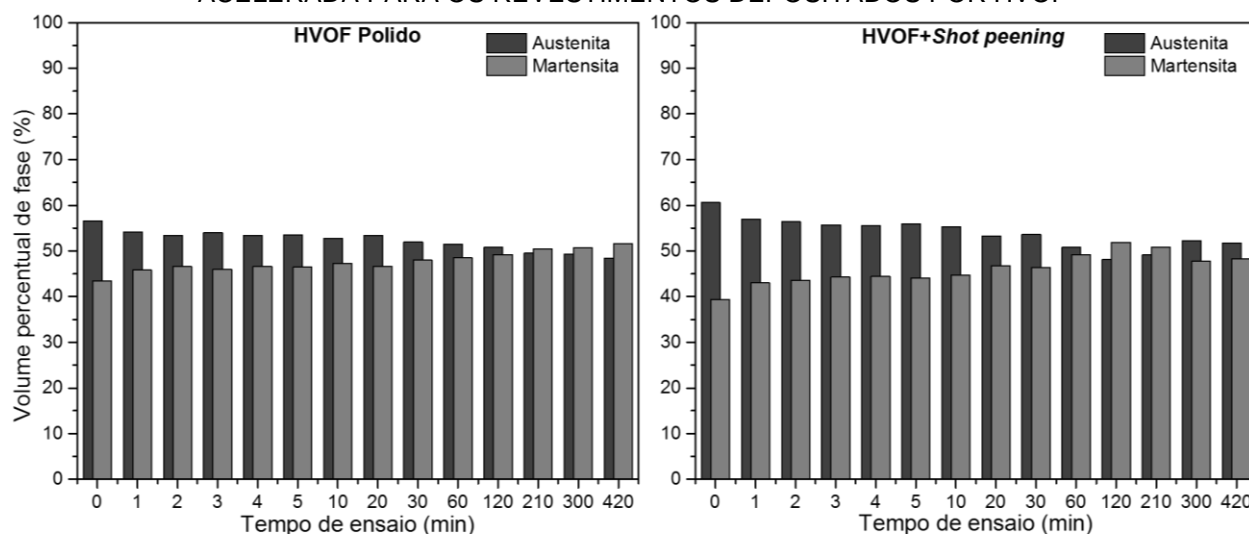
FIGURA 67 – RESULTADOS DA QUANTIFICAÇÃO DE FASES DURANTE O ENSAIO DE CAVITAÇÃO ACELERADA PARA OS REVESTIMENTOS DEPOSITADOS POR FS-PÓ



FONTE: O autor (2016).

Os resultados de quantificação de fase para os revestimentos aplicados por HVOF são apresentados na Figura 68, onde pode ser visto que, neste caso, há transformações de fase durante o ensaio, evidenciado pelo pequeno aumento gradual de martensita durante o ensaio de cavitação, totalizando aproximadamente 8%, para ambos os casos.

FIGURA 68 - RESULTADOS DA QUANTIFICAÇÃO DE FASES DURANTE O ENSAIO DE CAVITAÇÃO ACELERADA PARA OS REVESTIMENTOS DEPOSITADOS POR HVOF



FONTE: O autor (2016).

Este resultado mostra que, devido a maior resistência a cavitação da morfologia do revestimento HVOF, a mesma região fique exposta por mais tempo aos esforços da cavitação, permitindo ocorrer a transformação martensítica.

#### 7.4 CONSIDERAÇÕES FINAIS

De maneira geral, os resultados mostram como é o comportamento da cavitação sobre as diferentes morfologias de revestimentos depositados por aspersão térmica, permitindo entender que algumas características de revestimentos aspergidos favorecem a erosão por cavitação, independente do material utilizado neste revestimento.

Lembrando que as características morfológicas utilizadas neste trabalho, que são consideravelmente boas, foram intencionalmente obtidas para serem comparadas entre si, não sendo, necessariamente, os revestimentos com os menores valores de porosidade e oxidação que podem ser obtidos por ambos os processos testados. Levando em conta que durante os pré-testes das deposições foram obtidos revestimentos com valores de porosidade e oxidação mais baixos do que os utilizados nessa tese.

## 8 CONCLUSÕES

Foi possível estudar e caracterizar as diferenças entre os mecanismos de erosão por cavitação sobre diferentes morfologias de revestimentos depositados por aspersão térmica a chama FS-pó e HVOF, com e sem tratamento posterior de *shot peening*, sendo concluído que:

- Os revestimentos depositados por FS-pó apresentam desempenho inferior sobre o teste de erosão por cavitação que os revestimentos depositados por HVOF;
- Há uma grande influência da morfologia dos revestimentos sobre os mecanismos de erosão, sendo que a morfologia formada por panquecas alongadas, envolvidas por filmes de óxidos (morfologia do processo FS-pó), facilita sua remoção e fragmentação, o que gera uma taxa de erosão maior;
- Devido aos baixos níveis de porosidade dos revestimentos, os poros não apresentaram papel significativo nos mecanismos de erosão;
- O *shot peening* melhorou os desempenhos dos revestimentos no ensaio de cavitação, pois, apesar de apresentar uma pequena redução de desempenho nos testes de aderência por tração, e ainda, acentuar a perda de massa no início da erosão, apresentou uma redução nas taxas de erosão;
- A rugosidade obtida por *shot peening* sobre os revestimentos aspergidos não prejudica o desempenho de resistência à cavitação, pois os resultados mostram que aumento da rugosidade não gera um aumento na taxa de erosão;
- As transformações de fase induzidas pelo *shot peening* não foram significativas, não influenciando o desempenho dos revestimentos sobre o ensaio de cavitação. Também não gerou grandes transformações morfológicas, visto que a possibilidade de redução de porosidade não teria como ocorrer sobre revestimentos com porosidades já reduzidas;
- Transformações de fase podem ocorrer dependendo da resistência a cavitação, ou seja, para as morfologias que apresentam menor taxa de erosão ocorreram transformações de fase martensítica, o que contribui para a menor taxa de erosão, devido a energia ser dissipada pela transformação.

## 9 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- Caracterizar as taxas de erosão destes revestimentos em uma condição de cavitação e corrosão simultaneamente.
- Caracterizar os mecanismos de erosão e de transformação de fase de revestimentos com teor de óxidos inferiores aos desta tese.
- Realizar um experimento que acompanhe por MEV intervalos de 1 minuto da erosão por cavitação de revestimentos depositados por aspersão térmica, porém no estágio onde a taxa de erosão já tenha estabilizado, e com isso caracterizar os mecanismos de erosão e compará-los com o inicial.

## 10 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- AGUIAR, L. A. **Obtenção in situ de intermetálicos Ni-Al para revestimentos resistentes a elevadas temperaturas depositados pelo processo de aspersão térmica por arco elétrico.** Tese (Doutorado). Programa de Pós Graduação em Engenharia e Ciência dos Materiais da Universidade Federal do Paraná. Curitiba, 2016.
- ALLENSTEIN, A. N., **Estudo da resistência à cavitação do aço inoxidável martensítico CA6-NM nitretado por plasma.** Dissertação de mestrado, UFPR, Curitiba, 2007.
- ALMEIDA, D. S., **Estudo De Revestimentos Cerâmicos Sobre Substrato Metálico, Obtidos Por Deposição Física De Vapores Por Feixe De Elétrons Para Aplicação Como Barreira Térmica.** Tese de Doutorado. INPE. 2005.
- ASM, American Society for Metals, **Surface Engineering**, Materials Park, v. 5, OH, Estados Unidos, ASM Handbook, 1994.
- ASM, American Society for Metals. **Handbook of Thermal Spray Technology**, Materials Park, OH, Estados Unidos, ASM Handbook, 2004.
- ASTM C633: **Standard Test Method for Adhesion or Cohesion Strength of Thermal Spray Coatings.** American Standard of Testing Materials. West Conshohocken: 2008.
- ASTM E1920: **Standard Guide for Metallographic Preparation of Thermal Spray Coatings.** American Standard of Testing Materials. West Conshohocken: 2008.
- ASTM E2109: **Standard Test Method for Determining Area Percentage Porosity of Thermal Spray Coatings.** American Standard of Testing Materials. West Conshohocken: 2014.
- ASTM G32: **Standard Test Method for Cavitation Erosion Using Vibratory Apparatus.** American Standard of Testing Materials. West Conshohocken: 2003.
- AWS, American Welding Society. **Thermal Spray: practice, theory, and application.** Estados Unidos, Florida, 1985.
- BLIZNUK, V.V., GAVRILJUK, V.G., KOPITSA, G.P., GRIGORIEV, S.V., RUNOV, V.V. **Fluctuations of chemical composition of austenite and their consequence on shape memory effect in Fe-Mn-(Si, Cr, Ni, C, N) alloys,** Acta Materialia, v. 52, ed.16, p.4791-4799, 2004.
- BLODGETT, Mark P.; NAGY, Peter B. **Eddy current assessment of near-surface residual stress in shot-peened nickel-base superalloys.** Journal of Nondestructive Evaluation, v. 23, n. 3, p. 107-123, 2004.
- BORGES, F. C. N. **Iron Based Shape Memory Alloys: Mechanical and Structural Properties.** In: FERNANDES, F. M. B. Shape Memory Alloys - Processing, Characterization and Applications. InTech, ed.1, p.115-128, 2013.
- CALAINHO, J. A. L.; HORTA, C. A.; GONÇALVES, C.; LOMÔNACO, F. G. **Cavitação em Turbinas Hidráulicas do Tipo Francis e Kaplan no Brasil.** In: ANAIS DO XV SEMINÁRIO NACIONAL DE PRODUÇÃO E TRANSMISSÃO DE ENERGIA ELÉTRICA, 6p., Foz do Iguaçu, 1999.
- CALERO, S. J., **The Genesis of Fluid Mechanics: 1640-1780.** Springer Netherlands, v.22, 2008.
- CAPRA, A. R.; SUCHARSKI, G. B.; PUKASIEWICZ, A. G. M.; VÁZ, R. F. **Relatório técnico referente a etapa de realização de caracterização microestrutural completa dos diferentes revestimentos aplicados.** INSTITUTOS LACTEC, Relatório Técnico, p.73, Curitiba, 2014.
- CARDOZO, M. A. **Revestimento de NbAl, aspergido termicamente, contra corrosão sob tensão em aço austenítico.** Tese (Doutorado). Programa de Pós Graduação em Engenharia e Ciência dos Materiais da Universidade Federal do Paraná. Curitiba, 2014.

- CHANG, S.C., WENG, W.H., CHEN, H.C., LIN, S.J., CHUNG, P.C.K. **The cavitation erosion of Fe-Mn-Al alloys**, Wear, v. 181-183, p. 511-515, 1995.
- CLÁUDIO, R. A. et al. **Fatigue life prediction of shot peened components**. Ciência & Tecnologia dos Materiais, v. 20, n. 1-2, p. 99-105, 2008.
- COSTA, M. Y. P. et al., **Evaluation of shot peening on the fatigue strength of anodized Ti-6Al-4V alloy**. Materials Research, v.9, ed.1, p.107-109, 2006.
- DULAR, M., STOFFEL, B., SIROK, B. **Development of a cavitation erosion model**. Wear, v.261. p.642–655, 2006.
- DUNKLEY, J. J. **Advances in atomisation techniques for the formation of metal powders**. In: CHANG, I., ZHAO, Y. Advances in Powder Metallurgy. Woodhead Publishing Limited, ed.1, p. 3-18, 2013.
- DUNNE, D. **Shape memory in ferrous alloys**. In: PERELOMA, E., EDMONDS, D. Phase Transformations in Steels - Volume 2: Diffusionless Transformations, High Strength Steels, Modelling and Advanced Analytical Techniques. Woodhead Publishing, ed.1, p. 83–125, 2012.
- FISCHER, F.; VONDRACEK, H., **Warm geformte Federn: Konstruktion und Fertigung**. Hoesch, p. 341, 1987.
- GADELMAWLA, E. S.; KOURA. M. M.; MAKSOUD, T. M. A.; ELEWA, I. M.; SOLIMAN, H. H.; **Roughness parameters**. Journal of Materials Processing Technology, v.123, p.133-145, 2002.
- GODOY, C., MANCOSU, R.D., LIMA, M.M., BRANDÃO, D., HOUDSEN, J., AVELAR-BATISTA, J.C., **Influence of plasma nitriding and PAPVD Cr<sub>1-x</sub>N<sub>x</sub> coating on the cavitation erosion resistance of an AISI 1045 steel**, Surface and Coatings Technology, v. 200,nº 18-19, p. 5370-5378, 2006.
- GRACIOSO, J.F.F. **Efeito das Condições de Têmpera na Microestrutura e Propriedades Mecânicas de um Aço Inoxidável Martensítico Fundido CA-6NM**. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) da Universidade Federal de Santa Catarina, 2003.
- HATTORI, S., ISHIKURA, R., ZHANG, Q., **Construction of database on cavitation erosion and analyses of carbon steel data**, Proceedings of the 5<sup>th</sup> International Symposium on Cavitation, Osaka, Japão, GS-11-002, 1-4 nov. 2003.
- HIGOUNENC, O. **Correlation of shot peening parameters to surface characteristic**. In.: SCHULZE, V. AND NIKU-LARI, A. Shot Peening and other Mechanical Surface Treatments, IITT-International, Marne la Vallee, v. 28, 2005.
- HOU, G; ZHAO, X; ZHOU, H; LU, J; AN, Y; CHEN, J; YANG J., **Cavitation erosion of several oxy-fuel sprayed coatings tested in deionized water and artificial seawater**. Wear, v. 311, p. 81–92, 2014.
- IHA, **International Hydropower Association**. Map of the world's installed hydropower capacity. Disponível em: <<http://www.hydropower.org/maps>>. Acesso em: 2 set. 2014.
- IRVING, B. **The HVOF process: the hottest topic in the thermal spray industry**, Welding Journal, July, p.25-30, 1993.
- JUNIOR, G. S., VOORWALD, H.J.C., VIEIRA, L. F. S., CIOFFI, M. O. H.,BONORA, R.G. **Evaluation of WC-10Ni thermal spray coating with shot peening on the fatigue strength of AISI 4340 steel**. Procedia Engineering, v.2, p.649–656, 2010.
- KIM, J. H., NA, K. S., KIM, G. G., OH, J. Y., YOON, C. S., KIM,S. J. **The effects of Mn and B on the cavitation erosion resistance of austenitic Fe-base hardfacing alloys**. Materials Science and Engineering A. v. 477, p. 204–207, 2008.
- KNAPP, R. T., HOLLANDER, A., **Laboratory Investigation of the Mechanism of Cavitation**.Trans.of ASME, vol.70, pgs.419-435. 1948.
- KREYE, H. **Properties and characterization of thermal spray coating**, Proceedings of the 15th International Thermal Spray Conference, France, p.629-634, 1998.

LEEM, D. S., LEE, Y. D., JUN, J. H., CHOI, C.S. **Amount of retained austenite at room temperature after reverse transformation of martensite to austenite in an Fe-13%Cr-7%Ni-3%Si martensitic stainless steel.** Scripta Materialia, 2001, v. 45, p767-772, 2001.

LIMA, C. R. P., **Caracterização de coberturas obtidas por aspersão térmica a plasma.** Tese de Doutorado, 143 p. Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, 2001.

LIMA, C.C., TREVISAN, R., **Aspersão Térmica Fundamentos e Aplicações.** Artliber Editora, São Paulo, Brasil, 2007.

LIU, W., ZHENG, Y.G., LIU, C.S., YAO, Z.M., KE, W. **Cavitation erosion behavior of Cr-Mn-N stainless steel in comparison with Cr13Ni5Mo stainless steel,** Wear, v.254, ed.7-8, p. 713-722, 2003.

LUZIN, V., VALAREZO, A., SAMPATH, S. **Through-thickness Residual Stress Measurement in Metal and Ceramic Spray Coatings by Neutron Diffraction.** Materials Science Forum, v.571-572, p.315-320, 2008.

MIC, **Shot peening**, Metal Improvement Company - Surface Technologies. 2006. Disponível em: <[http://www.metalimprovement.com/shot\\_peening.php](http://www.metalimprovement.com/shot_peening.php)>. Acesso em 19 mar. 2014.

NASCIMENTO, F. C., MEI, P. R., CARDOSO, L. P., OTUBO, J. **Grain Size Effect on the Structural Parameters of the Stress Induced  $\epsilon$ hcp - Martensite in Iron-Based Shape Memory Alloy.** Materials Research, v.11, ed.1, p.63-67, 2008.

OERLIKON METCO. **An Introduction to Thermal Spray.** Caderno informativo do fabricante. V.6, Suíça, 2016.

OLIVEIRA, R. R. **Avaliação da tensão residual em alumínio 7050 conformadas pelo processo *Peen Forming*.** Dissertação de Mestrado, Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, USP. 2011.

PADILHA, H. **Desenvolvimento “in situ” de intermetálicos Ni-Al em superfícies de aço inoxidável AISI 304 através da aplicação por aspersão térmica de mistura de pós de níquel e alumínio.** Tese (Doutorado). Programa de Pós Graduação em Engenharia e Ciência dos Materiais da Universidade Federal do Paraná. Curitiba, 2011.

PANCEWICZ, T.; MRUK, I.; **Holographic contouring for determination of three-dimensional description of surface roughness,** Wear, v.199, ed. 1, p.127-131, 1996.

PAREDES, R. S. C., **Estudo de revestimentos de alumínio depositados por três processos de aspersão térmica para a proteção do aço contra a corrosão marinha.** Tese de doutorado. UFSC, 1998.

PAWLOWSKI, L., **The science and engineering of thermal spray coatings.** England: John Wiley & Sons, 2008.

PUKASIEWICZ, A. G. M., **Desenvolvimento de Revestimentos Fe-Mn-Cr-Si-Ni Resistentes à Cavitação Depositados por Aspersão ASP,** Tese (Doutorado), Programa de Pós Graduação em Engenharia de Materiais e Processos da Universidade Federal do Paraná. Curitiba, 2008.

REGO, R. R. **Influência do uso de Distribuição Bimodal de Classes de Granelha no Processo de Shot Peening sobre o Perfil de Tensões Residuais de Engrenagens.** SENAI Cimatec. Salvador, 2011.

RIBEIRO, H. O., **Desenvolvimento de ligas para revestimentos por PTA resistentes à cavitação.** Tese de doutorado, UFSC, Florianópolis, 2007.

RODRIGUES, L.D., **Medição de tensões residuais em tubos visando a determinação de esforços em dutos enterrados,** Dissertação M.Sc, DEM, PUC-Rio, abril 2007.

RODRIGUEZ, R. M. H. P., **Formação de óxidos nos revestimentos de alumínio depositados por aspersão térmica.** Tese (doutorado). Programa de Pós Graduação PIPE da Universidade Federal do Paraná. Curitiba, 2007.

SAE J 2441. **Shot peening**. SAE International, ed.2, p.9, 2015.

SAINT GOBAIN, Coating solutions. **Thermal Spray Flexicords**. Disponível em: <[www.coatingsolutions.saint-gobain.com/](http://www.coatingsolutions.saint-gobain.com/)>. Acesso em: ago. 2014.

SAMPATH, S., JIANG, X.Y., MATEJICEK, J., PRCHLIK, L., KULKARNI, A., VAIDYA, A. **Role of thermal spray processing method on the microstructure, residual stress and properties of coatings: an integrated study for Ni-5 wt.%Al bond coats**. Materials Science and Engineering A, v.364, p.216-231, 2004.

SANG, K.; LI, Y., **Cavitation erosion of flame spray weld coating of nickel-base alloy powder**. Wear, v. 189, p. 20-24, 1995

SANTOS, L. L. **Influência do revenimento nas propriedades/características de superfície do aço CA6-NM nitretado por plasma**. Dissertação (mestrado). Programa de Pós Graduação em Engenharia e Ciência dos Materiais da Universidade Federal do Paraná. Curitiba, 2016.

SCHIEFLER FILHO, M. F. O., **Estudo microestrutural e eletroquímico de revestimentos metálicos depositados por aspersão térmica**. Tese de Doutorado, 313f. Universidade Federal de Santa Catarina, 2004.

SCURACCHIO, B. G. **Tensões residuais induzidas por shot peening e durabilidade de molas em lâmina**. Tese (Doutorado em Engenharia Metalúrgica e de Materiais) - Escola Politécnica, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2012.

SILVA, L. J. **Revestimento NiCrSiBC: microestrutura e o comportamento tribológico em elevadas temperaturas**. Dissertação de Mestrado, Programa de Pós Graduação em Engenharia Mecânica da Universidade Federal do Paraná. Curitiba, 2014.

SILVA, V. C. **Influência da interação revestimento/substrato na resistência à corrosão do aço inoxidável duplex uns S31803 via aspersão térmica chama arame**. Tese (Doutorado). Programa de Pós Graduação em Engenharia e Ciência dos Materiais da Universidade Federal do Paraná. Curitiba, 2016.

SMITH, R. W.; FAST, R. D. **The future of thermal spray technology**, Welding Journal, p.43-50, 1994.

SONG, Y. LI, X. RONG, L. LI, Y. **The influence of tempering temperature on the reversed austenite formation and tensile properties in Fe-13%Cr-4%Ni-Mo low carbon martensite stainless steels**. Materials Science and Engineering, v.528, p.4075-4079, 2011.

SONOSYS, **High frequency Ultrasonic Cleaning Systems**. Disponível em: <[http://www.sonosys.de/company/sonosys\\_image%20brochure\\_e.pdf](http://www.sonosys.de/company/sonosys_image%20brochure_e.pdf)>, acesso em ago. 2014.

STACHOWIAK, G. W.; BATCHELOR, A. W.; **Engineering Tribology**. Butterworth-Heinemann, p.744, 2001.

SUCHARSKI, G. B., ARAUJO, I. B., PUKASIEWICZ, A. G. M., PAREDES, R. C. S. **Mechanisms of cavitation erosion for two different morphologies of thermal spray coatings**. In: Chapter 17 – Structural and Engineering Materials. Anais: European Advanced Materials Congress – EAMC2016, VBRI Press, 2016.

SUCHARSKI, G. B., PAREDES, R. C. S., PUKASIEWICZ, A. G. M., VAZ, R. F. **Shot peening effect on the morphology and roughness of HVOF coatings**. Anais: International Thermal Spray Conference – ITSC2015, ASM International, p.856-862, California, USA, 2015b.

SUCHARSKI, G. B.; PUKASIEWICZ, A. G. M.; VÁZ, R. F.; PAREDES, R. S. C. **Optimization of the Deposition Parameters of HVOF FeMnCrSi+Ni+B Thermally Sprayed Coatings**. Revista Soldagem e Inspeção, v. 20, p. 238-252, 2015a.

SUCHARSKI, G., B. **Deposição de revestimentos tipo barreira térmica por aspersão térmica**. Dissertação (mestrado). Programa de Pós Graduação em Engenharia Mecânica da Universidade Federal do Paraná. Curitiba, 2012.

SULZER. **An Introduction to Thermal Spray**. Sulzer Metco, v. 4, n. 4, Suíça, 2012.



TAKIMI, A. S., **Obtenção de superligas de NiCrAlY nanoestruturadas por moagem de alta energia e sua aplicação por aspersão térmica hipersônica (HVOF)**. Dissertação de mestrado. Porto Alegre: UFRGS, 2004.

TEAGUE, E. C.; SCIRE, F. E.; BARKER, S. M.; JENSEN, S. W.; **3-Dimensional stylus profilometry**, *Wear* v.83, ed.1, p.1-12, 1982.

TOMÁS, M. T. D. L. G., **Estudo do fenômeno da cavitação - Implementação de técnicas experimentais**. Universidade do Porto, 1986.

TREVISANI, É. F. **Avaliação de ligas de Ni-Al utilizadas como revestimento estáveis a altas temperaturas depositadas por aspersão térmica à chama pó**. Dissertação (Mestrado). Programa de Pós Graduação em Engenharia e Ciência dos Materiais da Universidade Federal do Paraná. Curitiba, 2012.

VALAREZO, A., CHOI, W. B., CHI, W., GOULDSTONE, A., SAMPATH, S. **Process Control and Characterization of NiCr Coatings by HVOF-DJ2700 System: A Process Map Approach**. *Journal of Thermal Spray Technology*, v.19, ed.5, p.852–865, 2010.

VÁZ, R. F. **Estudo das propriedades de partículas de aço aspergidas pelo processo ASP e formação de lamelas**. Dissertação (Mestrado). Programa de Pós Graduação em Engenharia e Ciência dos Materiais da Universidade Federal do Paraná. Curitiba, 2013.

VÁZ, R. F.; SUCHARSKI, G. B.; PUKASIEWICZ, A. G. M.; CAPRA, A. R., **Aplicação e avaliação do processo *shot peening* em função da resistência à cavitação, acabamento, tensão residual e transformações de fase, para as novas ligas desenvolvidas depositadas pelo processo HVOF**. INSTITUTOS LACTEC, Relatório Técnico, p.33, Curitiba, 2014a.

VÁZ, R. F.; SUCHARSKI, G. B.; PUKASIEWICZ, A. G. M.; CAPRA, A. R., **Avaliação da resistência à cavitação das novas ligas desenvolvidas através de ensaios com células eletrolíticas e cavitação acelerada**. INSTITUTOS LACTEC, Relatório Técnico, p.33, Curitiba, 2014b.

VERONA, M. N. **Produção de revestimento compósito bimodal micro e manométrico de Al/Fe3Al aplicados por aspersão térmica chama pó**. Tese (Doutorado). Programa de Pós Graduação em Engenharia e Ciência dos Materiais da Universidade Federal do Paraná. Curitiba, 2016.

WANG, Z., ZHU, J. **Correlation of martensitic transformation and surface mechanical behavior with cavitation erosion resistance for some iron based alloys**, *Wear*, v. 256, ed.11-12, p. 1208-1213, 2004b.

WANG, Z., ZHU, J. **Effect of phase transformation on cavitation erosion resistance of some ferrous alloys**. *Materials Science and Engineering A*, v. 358, ed.1-2, p.273-278, 2003.

WANG, Z., ZHU, J., **Cavitation erosion of Fe-Mn-Si-Cr shape memory alloys**. *Wear*, v. 256, ed.1-2, p. 66-72, 2004a.

WANTANG, F., YANGZENG, Z., TIANFU, J., MEI, Y. **Structural changes after cavitation erosion for a Cr-Mn-N stainless steel**, *Wear*, v. 205, ed.1-2, p. 28-31, 1997.

WULPI, D. J., **Understanding How Components Fail**. Second edition.ASM International. 1999.

YUPING, W., PINGHUA, L., CHENGLIN, C., ZEHUA, W., MING, C., JUNHUA, H. **Cavitation erosion characteristics of a Fe–Cr–Si–B–Mn coating fabricated by high velocity oxy-fuel (HVOF) thermal spray**. *Materials Letters*, v. 61, p. 1867–1872, 2007.

ZHANG, Q., LI, C., LI, C., YANG, G., LUI, S. **Study of oxidation behavior of nanostructured NiCrAlY bond coatings deposited by cold spraying**. *Surface & Coatings Technology*, v.202, p.3378–3384, 2008.

ZHENG, Z.B.; ZHENG, Y.G.; SUN, W.H.; WANG, J.Q., **Erosion–corrosion of HVOF-sprayed Fe-based amorphous metallic coating under impingement by a sand-containing NaCl solution**. *Corrosion Science*, v. 76, p. 337–347, 2013.

**APÊNDICE I**

SUCHARSKI, G. B.; PUKASIEWICZ, A. G. M.; VÁZ, R. F.; PAREDES, R. S. C. **Optimization of the Deposition Parameters of HVOF FeMnCrSi+Ni+B Thermally Sprayed Coatings**. Revista Soldagem e Inspeção, v. 20, p. 238-252, 2015a.

# Optimization of the Deposition Parameters of HVOF FeMnCrSi+Ni+B Thermally Sprayed Coatings

Gustavo Bavaresco Sucharski<sup>1</sup>, Anderson Geraldo Marenda Pukasiewicz<sup>2</sup>, Rodolpho Fernando Váz<sup>3</sup>,  
Ramón Sigifredo Cortés Paredes<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Universidade Federal do Paraná – UFPR, Curitiba, PR, Brazil.

<sup>2</sup> Universidade Tecnológica Federal do Paraná – UTFPR, Ponta Grossa, PR, Brazil.

<sup>3</sup> Institutos Lactec, Curitiba, PR, Brazil.

Received: 28 May, 2015

Accepted: 27 July, 2015

E-mails: gustavobavaresco@gmail.com  
(GBS), anderson.pukasiewicz@gmail.  
com (AGMP), rodolpho@lactec.org.br  
(RFV), ramon@ufpr.br (RSCP)

**Abstract:** HVOF thermal spray process produces coatings with low porosity and low oxide content, as well as high substrate adhesion. Small variations on the parameters of the HVOF process can generate coatings with different characteristics and properties, which also is chemical composition depended of the alloy. FeMnCrSi alloy is a cavitation resistant class of material with a great potential for HVOF deposition use. The main goal of this article is to study the influence of some HVOF parameters deposition, as standoff distance, powder feed rate and carrier gas pressure on three different alloys. FeMnCrSi experimental alloys with some variations in nickel and boron content were studied. Taguchi experimental design with L9 orthogonal array was used in this work. Porosity, oxide content, tensile adhesion strength and microhardness of the coatings were evaluated. The results indicated that all factors have significant influence on these properties. Chemical composition of the alloys was the most important factor, followed by the carrier gas pressure, standoff distance and powder feed rate. The addition of Ni, produces coatings with lower levels of oxide content and porosity. An experiment with improved parameters was conducted, and a great improvement on the coating properties was observed.

**Key-words:** Thermal Spray; HVOF; Taguchi experimental design; FeCrMnSiNiB.

## 1. Introduction

Thermal spraying process consists of a group of processes used to deposit different materials, like metallic or non-metallic materials on a prepared surface, with intend to modify the surface properties, like corrosion, abrasion resistance [1-4].

Most of the thermal spray process consist of the material heating in a molten or superheated state, and these particles are accelerated to the substrate surface by a carrier gas. However, thermally sprayed coatings have some imperfections such as pores and oxides. The main mechanism of adhesion and cohesion of the coating is mechanical anchoring of the splats [5, 6].

Several studies have been conducted with thermally sprayed coatings with the objective to analyze its cavitation erosion resistance and mass loss mechanisms. It was observed that the cavitation erosion resistance of thermally sprayed coatings can be improved when these alloys are deposited by high speed process (HVOF, high velocity oxygen fuel). The better performance has been attributed to the higher kinetic energy of the particles, providing greater adhesion and cohesion between the splats [7-13].

Taguchi experimental design is a method that allows to evaluate how different parameters affect the deposition process and their properties. The design proposed by Taguchi involves the use of orthogonal array, with intend to organize different parameters that can affect the process, and their subsequent levels. The main goal of the Taguchi method is to determine which factors most affect the quality and the properties of the coating with a minimum experiments, saving time and resources [14-16].

The objective of this paper is to study the influence of some parameters on the morphology, adhesion and microhardness of thermally sprayed coatings deposited by High Velocity Oxygen-Fuel thermal spray (HVOF) process. The parameters analyzed in this work were: chemical composition of the alloy, standoff distance; powder feed rate and carrier gas pressure. It was implemented the Taguchi experimental design with an L9

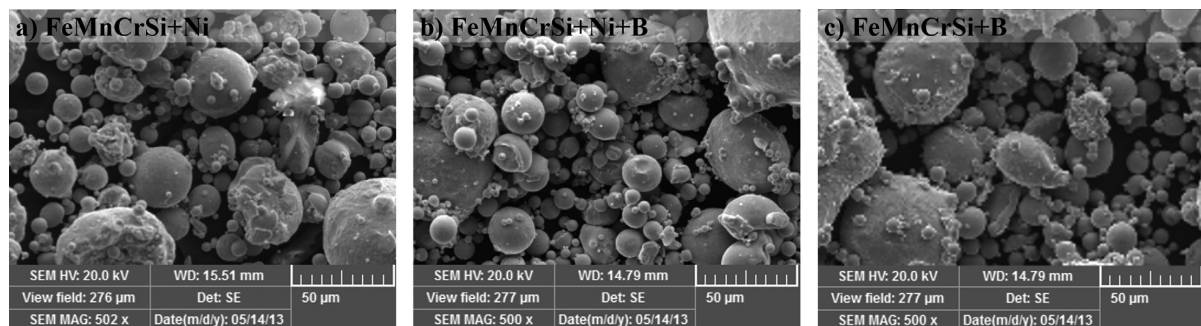


orthogonal array, which allows to study the interactions of 4 factors (process parameters) with 3 levels (different levels of the parameters). Three FeMnCrSi alloys were studied, with Nickel, Boron and Nickel+Boron addition.

The experimental design was carried out in two steps, initially a study was carried out to analyze the influence of the selected parameters on the properties of the coating, such as porosity, oxidation, adhesion and hardness. Afterwards, an additional experiment was performed with optimized parameters to confirm the results from the experimental design.

## 2. Experimental Procedure

The alloys were manufactured by inert gas atomizing process (argon). Before the HVOF deposition process, the powders were sieved and particles with diameters up to  $63\mu\text{m}$  (230 mesh) were used. Figure 1 shows the morphology of the powders. The specific chemical composition of these alloys is not presented due to patent rights that are not completed yet.



**Figure 1.** SEM of atomized powders alloys: (a) alloy1: FeMnCrSi+Ni; (b) alloy2: FeMnCrSi+Ni+B; and (c) alloy3: FeMnCrSi+B.

SAE 1020 carbon steel substrate with  $150 \times 35 \times 3,2$  mm were used in this work. The surface was sand blasted with white aluminum oxide (36 mesh).

Table 1 shows the selected parameters, and their different levels,. These data were used in the L9 orthogonal array.

**Table 1.** Set of factors and levels used in this study.

Factor	Level		
	1	2	3
Alloy	FeMnCrSi+Ni	FeMnCrSi+Ni+B	FeMnCrSi+B
Standoff distance (mm)	200	275	350
Powder feed rate ( $\text{g} \cdot \text{min}^{-1}$ )	25	35	45
Carrier gas pressure (MPa)	0.758	0.896	1.034

Standoff distance, powder feed rate and carrier gas pressure are factors that directly affect the oxidation and porosity of the coatings, with different levels for similar alloys. The levels defined in this experiment are based on the values recommended by manufacturers [17], as well as articles where similar alloys deposited by HVOF were studied [18-27].

Table 2 shows the L9 orthogonal array with the factors and levels used in this article.

Analyses of variance were performed for all the factors (parameters), testing the following hypotheses:

- $H_0$ : Factor is not significant;
- $H_1$ : Factor is significant.

**Table 2.** Orthogonal array Taguchi L9 for parameter validation study.

Experiment	Alloy	Standoff distance (mm)	Powder feed rate (g.min <sup>-1</sup> )	Carrier gas pressure (MPa)
1	FeMnCrSi+Ni	200	25	0.758
2	FeMnCrSi+Ni	275	35	0.896
3	FeMnCrSi+Ni	350	45	1.034
4	FeMnCrSi+Ni+B	200	35	1.034
5	FeMnCrSi+Ni+B	275	45	0.758
6	FeMnCrSi+Ni+B	350	25	0.896
7	FeMnCrSi+B	200	45	0.896
8	FeMnCrSi+B	275	25	1.034
9	FeMnCrSi+B	350	35	0.758

Statistical software Minitab16<sup>®</sup> was used to generate the p-value, which is an indicative of the acceptability of the hypothesis, and a p-value less than 0.10 reject the hypothesis  $H_0$  (considering the significance level of 90%).

The deposition equipment used was a DiamondJet 2700 gun from Sulzer Metco. The parameters maintained constant for these depositions are described in Table 3, and also are based on the values recommended for similar alloys [17].

**Table 3.** Process parameters set for the depositions.

Parameters	Values
Oxygen Pressure	1.034 MPa
Oxygen Flow	265.4 l.min <sup>-1</sup>
Propylene Pressure	0.689 MPa
Propylene Flow	71.4 l.min <sup>-1</sup>
Air Pressure	0.517 MPa
Air flow	317.0 l.min <sup>-1</sup>
Carrier gas flow N <sub>2</sub>	60 l.min <sup>-1</sup>

The metallographic preparation of the deposited coatings was conducted by cutting the samples, followed by mounting, grinding and polishing. Oxide morphology and distribution was conducted by EDS mapping, where each alloying element distribution on the microstructure can be visualized.

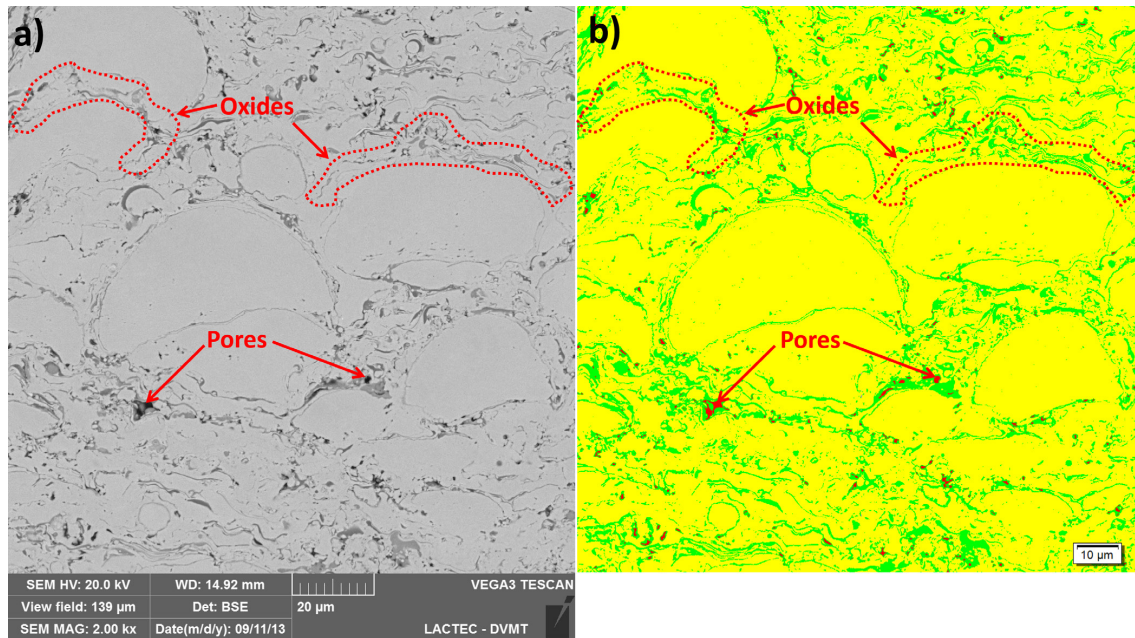
Porosity and oxide content measurement was carried out by grayscale threshold in SEM images of the microstructure. After the definition of each micro constituent, a correspondent gray scale level was selected, characterized by the limits of the gray level for pore, oxide and metallic phase, the area fraction of each phase is calculated. In this technique, 8 images of the cross section with magnifications of 500x were used to analyze area fraction oxide, and 2000x for the identification of pores on the microstructure. The Analysis<sup>®</sup> software was used for this procedure.

Figure 2 shows an example of the application of image analysis for porosity and oxide content measurement in experimental coating 3 (Table 2). The yellow areas in Figure 2b are the metallic phase, green areas emphasized by dotted lines are oxides, and red points are pores.

The tensile adhesion strength measurements were carried out in accordance with ASTM C633-01/2008 [28] (Standard test method for adhesion or cohesion strength of thermal spray coatings). It was tested three samples for each condition, all of them with 250 µm of coating thickness. The glue used was the HTK Ultra Bond<sup>®</sup> 100.

The microhardness measurements were made in an EMCOTEST/Durascan hardness tester with 300 gf of load and indentation time of 15 seconds. The measurements were carried out on the cross section of the coatings. Three indentations were realized in eight different regions for each sample.





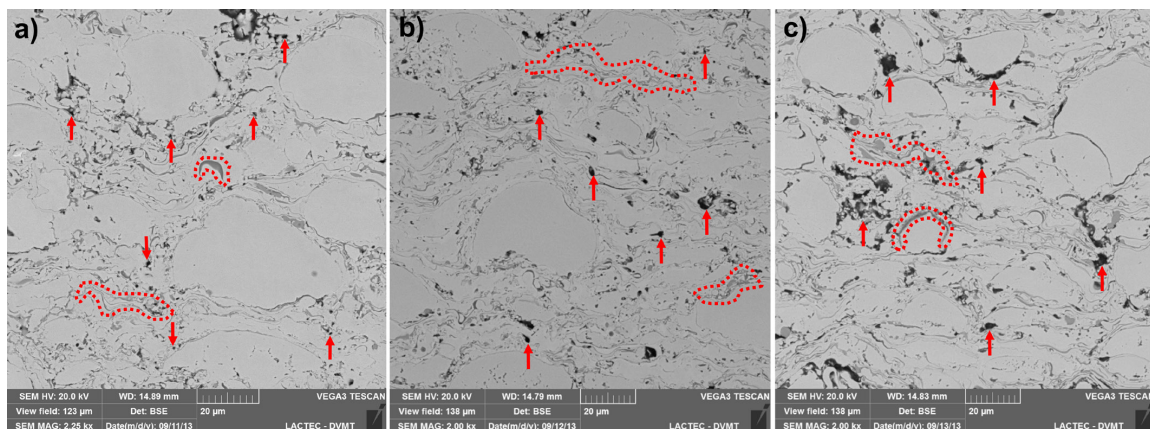
**Figure 2.** Example technique for measuring porosity and oxide content. (a) before image treatment, and (b) after treatment.

### 3. Results and Discussion

#### 3.1. Coating morphology

Figure 3 shows the SEM images of the experiments 1, 4 and 7. It is possible to identify the formation of small pores between the splats, indicated by arrows, the morphology of the oxides is indicated by dotted lines. The presence of semi-molten particles indicates that the temperature of the particles was not high enough to improve the wettability of the larger particles.

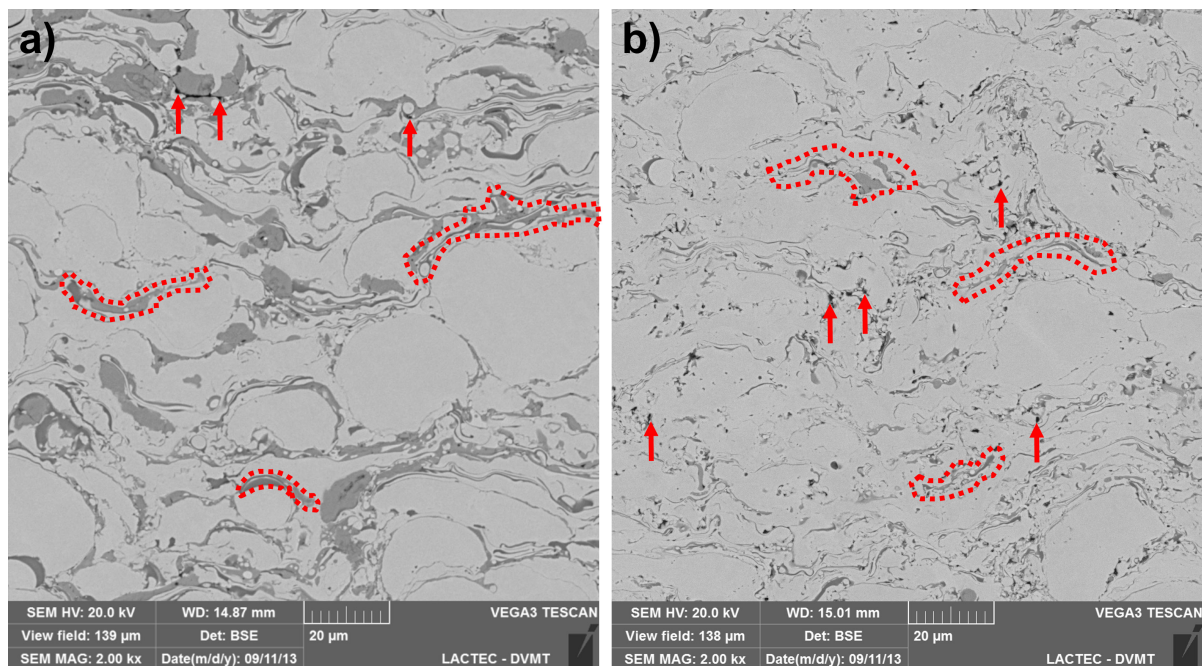
It was observed that the addition of Boron in FeMnCrSi+Ni+B and FeMnCrSi+B caused a small increase in splats deformation observed by the splats thickness reduction. This is evident by the reduction on the quantity of large particles. Boron provides a reduction of the melting point of the alloy, and this contributes to the increase on the deformation of the particles. Melting temperature reduction even by small additions of boron in iron alloys was observed by Amushahi [29].



**Figure 3.** Coating morphology of cross section, comparing the alloys deposited with different parameters. (a) Experiment 1 (FeMnCrSi+Ni); (b) experiment 4 (FeMnCrSi+Ni+B); (c) Experiment 7 (FeMnCrSi+B).

It was also observed, comparing experiment 1 (FeMnCrSi+Ni) with the experiment 7 (FeMnCrSi+B), that the alloy without Ni presents higher oxide content, indicating that Ni reduce the oxide content on the microstructure of the coatings. The Ni influence on the oxide content reduction, probably occurred by the Ni enrichment near the oxide film formation [30]. Ni content reduction on the oxide was observed in work of Syed et al. also suggest this explanation [31]. This Ni enrichment reduces the oxide layer growth and consequently the thickness of the oxide, this behavior was observed in work of Rossi and Elsener [32].

The great influence of the process parameters variation on the HVOF coatings morphology can be observed in Figure 4. In this Figure the same alloy (FeMnCrSi+Ni) shows different porosity and oxide content levels for distinct sets of experiments. The coatings showed great differences in morphology mainly due to the higher presence of oxides in experiment 2.



**Figure 4.** Comparison of the morphology of the coatings with FeMnCrSi+Ni using two different process parameters. In (a) experiment 2 and (b) experiment 3.

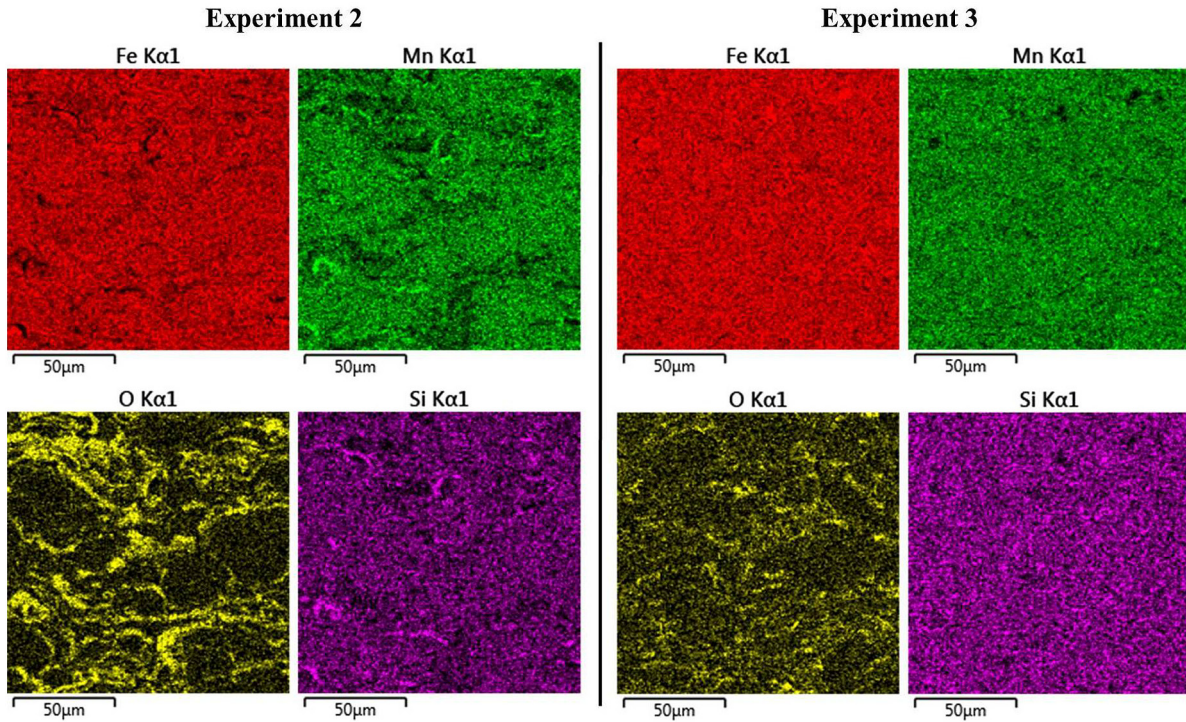
When two sets of experiments are compared, it can be observed the influence of the parameters on the microstructure. In this case, the increase of the parameters values (standoff distance, carrier gas pressure and powder feed rate) reduce the oxide content of the FeMnCrSi+Ni alloy. The coating of the experiment 2 also shows less deformed particles, this behavior probably occurs by the higher oxide content, which reduce the splats deformation, these results are in accordance with the work of Sobolev and Guilemany [33].

Figure 5 shows, for the same region in Figure 4, the chemical composition maps of the coating. In this Figure the distribution of each alloying element can be observed. It can be observed that in oxides shows higher concentration of the elements Mn and Si. These elements have great affinity with the oxygen. In experiment 3, it can be observed a lower presence of oxides.

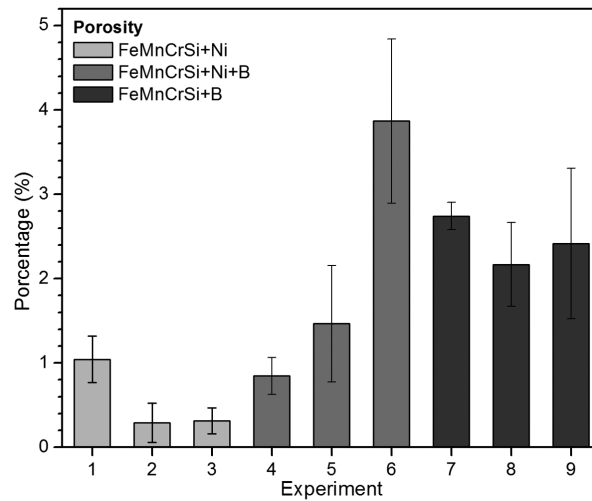
### 3.2. Porosity and oxide content analysis

Figures 6 and 7 show the results of the porosity and oxide content of the samples, respectively. The FeMnCrSi+Ni alloy (experiments 1, 2 and 3) showed a lower porosity and oxide content, regardless of the parameters used, indicating that the addition of Ni is really effective to reduce the porosity.





**Figure 5.** Chemical composition maps by EDS for FeMnCrSi+Ni, deposited under two different sets of parameters.



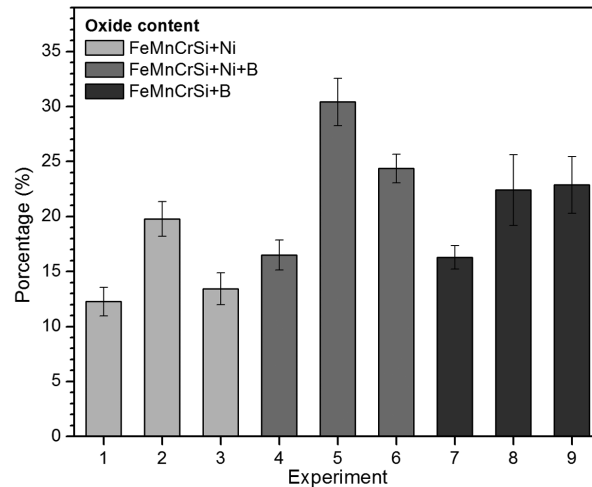
**Figure 6.** Porosity results.

The Taguchi analysis, presented in Table 4, shows the porosity variance for each factor.

According to the analysis of the variance, all factors showed p-value less than 0.10 rejecting the hypotheses  $H_0$ , demonstrating that all factors influence the porosity of the coatings.

With intend to identify which factor affects more the coating porosity, Taguchi experimental design [15] describes how to create a ranking for each factor, based on the delta value. Higher values of delta indicates higher influence of this factor on the measured propertie. Table 5 shows the ranking of the most influent parameters on the porosity of the coatings (rank = 1, means that this is the most influential factor for the porosity reduction).





**Figure 7.** Oxide content results.

**Table 4.** Analysis of variance for porosity, with 90% significance level.

Factor	Df	Sum of Squares	Mean Square	F-Ratio	P-Value
Alloy	2	23.9940	11.9970	40.08	0.000
Standoff distance	2	5.1185	2.5593	8.55	0.001
Powder feed rate	2	8.8456	4.4228	14.78	0.000
Carrier gas pressure	2	8.5410	4.2705	14.27	0.000
Error	27	8.0815	0.2993		
Total	35	54.5806			

**Table 5.** Rankings of influence of the factors for the mean porosity, condition 'lower porosity is better'.

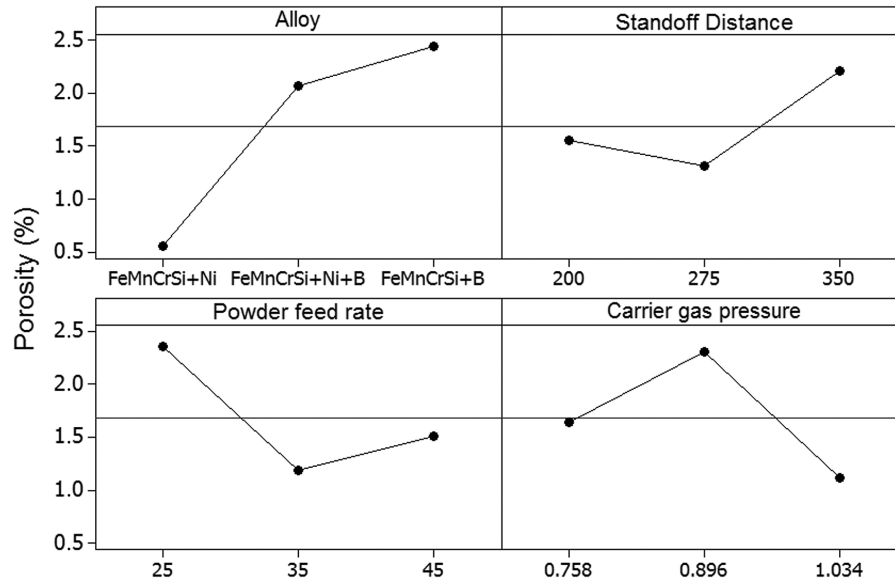
Level	Alloy	Standoff distance	Powder feed rate	Carrier gas pressure
1	0.5500	1.5425	2.3592	1.6408
2	2.0592	1.3083	1.1842	2.3000
3	2.4408	2.1992	1.5067	1.1092
Delta	1.8908	0.8908	1.1750	1.1908
Rank	1	4	3	2

The factor 'Alloy' showed higher delta value, indicating that parameter was more influential, followed by the 'Carrier gas pressure', 'Powder feed rate' and finally the 'Standoff distance'. In this case the alloy influence on the porosity can be explained by the improvement on the splats deformation and oxide content reduction. Splat deformation increases contact area between the splats, reducing the porosity. The oxide content reduction can also improve the splats deformation reducing the porosity of the coating, this behavior was discussed in work of Sobolev and Guilemany [33].

Figure 8 shows the influence of each parameter, ie, the effect for each level and factor on the porosity of the coatings.

Tukey test method was accomplished considering a 90% of confidence level. This test determines if the levels are significant. In the case of 'alloy' factor it was observed that the (FeMnCrSi+Ni) alloy showed the lowest porosity, the other alloys showed similar behavior.

For the factor 'Standoff distance' levels 1 and 2 were not significantly different and promotes the lowest level of porosity. This indicates that there is no statistically significant difference between these two levels, on the interval between 200 and 275 mm, the standoff distance did not significantly affect the porosity.



**Figure 8.** Main effects on the means of the percentage of porosity.

The factor 'Powder feed rate' showed similar behavior than 'Standoff distance', and the Level 2 and 3 promote the lowest average values of porosity, with no significant difference between them. In other words, the lower porosity levels are achieved between the Powder feed rates 35 to 45 g.min<sup>-1</sup>.

The 'carrier gas pressure' factor showed a different behavior, and at all levels are significantly different, where the level 3 is responsible for the lowest level of porosity, for example, lower porosity is obtained with pressure of 1,034 MPa.

The variance analysis for oxide content is presented in Table 6.

**Table 6.** Analysis of variance of the oxide content, with 90% significance level.

Factor	Df	Sum of Squares	Mean Square	F-Ratio	P-Value
Alloy	2	452.87	226.44	46.92	0.000
Standoff distance	2	508.72	254.36	52.71	0.000
Powder feed rate	2	0.93	0.46	0.10	0.909
Carrier gas pressure	2	118.42	59.21	12.27	0.000
Error	27	130.30	4.83		
Total	35	1211.24			

According to this analysis the factors 'Alloy', 'Standoff distance' and 'Carrier gas pressure', p-value is less than 0.10, then reject the hypotheses  $H_0$ , which are significant factors, i.e, have influence on the oxide content.

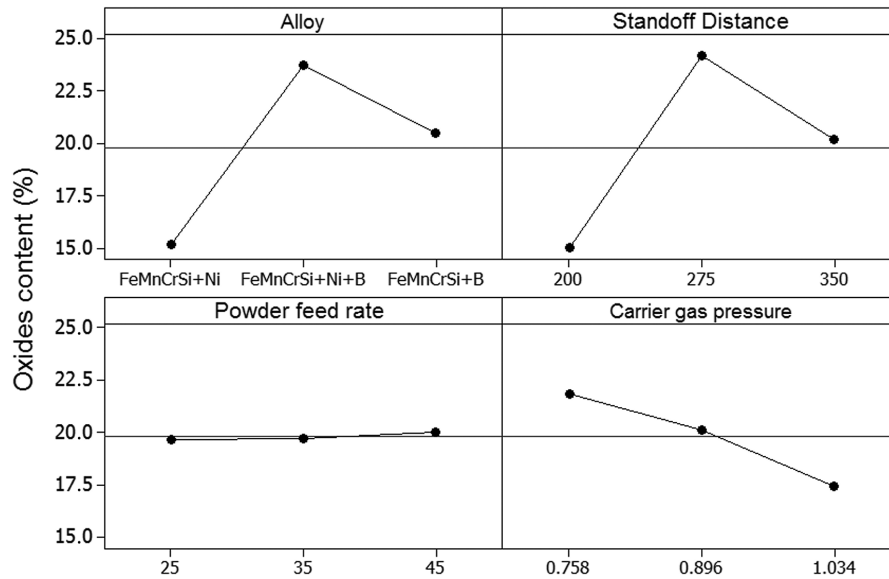
For the factor "Powder feed rate" p-value is higher than 0.10, then accepts the hypothesis  $H_0$ , so it is considered that this factor is not significant to the content of oxide in the coatings.

Table 7 shows the ranking of the most influent parameters on the oxide content (rank = 1, indicate the most influential factor for the lowest oxide content).

The 'Standoff distance' was the most influential factor for the oxide content, followed by 'Alloy', 'Carrier gas pressure' and at last the 'feed rate'. Figure 9 shows the influence of each parameter, on the oxide content of the coatings.

**Table 7.** Ranking of influence of the factors for the mean oxide content, condition ‘smaller is better’.

Level	Alloy	Standoff distance	Powder feed rate	Carrier gas pressure
1	15.15	15.02	19.68	21.85
2	23.75	24.20	19.72	20.14
3	20.52	20.22	20.03	17.44
Delta	8.60	9.18	0.36	4.41
Rank	2	1	4	3

**Figure 9.** Main effects on the means of oxides content.

Tukey test method was accomplished and it was observed that the ‘Alloy’ factor have a significantly influence on the oxide content, in accordance with observed on the Figure 3. The level 1 is significantly different (FeMnCrSi+Ni) resulting in lower oxide content of than the levels 2 and 3, demonstrating the influence of the Ni on the oxide formation.

The ‘Standoff distance’ factor analysis indicates that the 200 mm showed lower oxide contents than the others samples. Reducing the standoff distance, reduce the time that the particle is exposed at the higher temperature of the flame. The ‘feed rate’ factor shows no significant difference between levels.

The ‘carrier gas pressure’ factor showed a different behavior, the levels 1 and 2 are not significantly different, making it clear that the level 3 is responsible for the lower content of oxides.

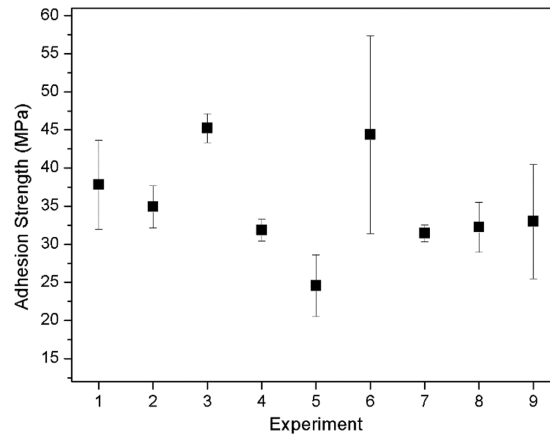
### 3.3. Tensile adhesion tests

Figure 10 shows the results of tensile adhesion tests. For all experiments the failure mode was adhesive. That means that the fail occurs at the interface between coating and substrate.

The experiment 6 showed penetration of the adhesive trough the coating due to the high porosity and small thickness as a consequence of low deposition efficiency with these parameters values. In this case, some of the statistical analyses were not realized, however it was possible to calculate the main effects of the different parameter levels, excluding the invalid data of the experiment 6.

Table 8 shows the ranking for the mean of the main effects of the adhesion of coatings according to adhesion strength.

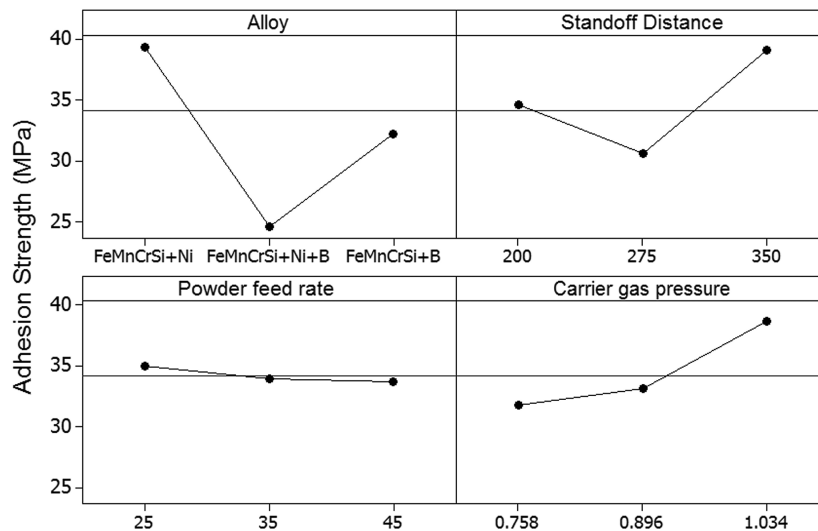
Figure 11 shows the influence of each parameter on the adhesion tests.



**Figure 10.** Results of the adhesion test.

**Table 8.** Ranking of influence of the factors for the mean adhesion strength, condition 'higher is better'.

Level	Alloy	Standoff distance	Powder feed rate	Carrier gas pressure
1	39.32	34.62	35.03	31.79
2	24.55	30.57	33.95	33.17
3	32.22	39.12	33.74	38.74
Delta	14.76	8.54	1.28	6.95
Rank	1	2	4	3

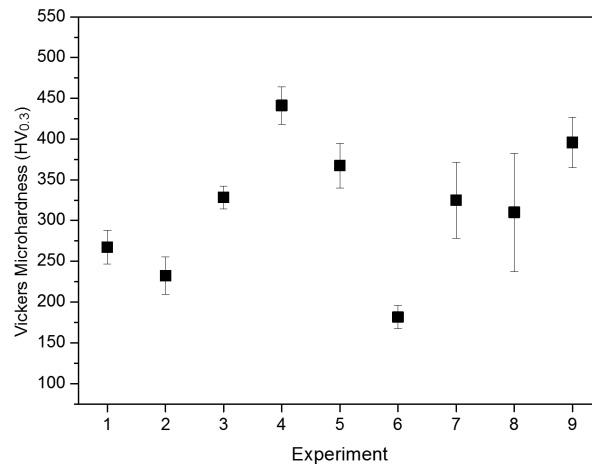


**Figure 11.** Main effects on the adhesion strength of the coatings.

Considering the results for tensile adhesion tests, the influence of the alloy composition and the processes parameters on the porosity and oxide content significantly affects the tensile adhesion behavior of the coatings. In this case, the parameters optimization for higher adhesion strength must be conducted with intend to reduce the porosity and oxide content of the coating.

### 3.4. Microhardness

Figure 12 shows the results of microhardness measurements. The results are the average and standard deviation values of 24 indentations in the transversal section of each sample.



**Figure 12.** Vickers microhardness of the coatings.

The analysis of the variance for the microhardness is shown in Table 9.

According to analysis of variance, all factors showed p-value less than 0.10, rejecting the hypotheses  $H_0$ . Thus all factors are influence on the microhardness of the coatings. Table 10 shows the ranking of the parameters influence on the microhardness.

The 'Carrier gas pressure' is the most influential factor, followed by 'Powder feed rate' and 'Alloy'. Finally the 'Standoff distance', showed less influence on the microhardness. Figure 13 shows a graph of the influence of each parameter on the microhardness of the coatings.

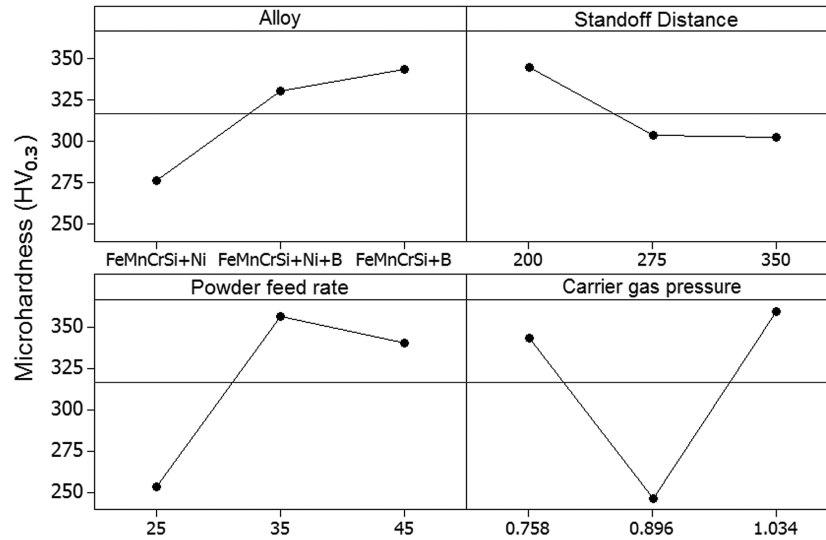
Tukey test method showed that the level 1(FeMnCrSi+Ni) of the 'Alloy' factor promote the lowest hardness value, this occurs because of this alloy do not have Boron on the formulation, which can promote a hardness increase by interstitial solid solution. In this case, the levels 2 and 3 have higher microhardness values, indicating that the addition of Boron is effective for the microhardness increase of the coatings.

**Table 9.** Analysis of variance of the microhardness, with 90% significance level.

Factor	Df	Sum of Squares	Mean Square	F-Ratio	P-Value
Alloy	2	30667	15333	12.54	0.000
Standoff distance	2	14060	7030	5.75	0.008
Powder feed rate	2	74220	37110	30.35	0.000
Carrier gas pressure	2	90457	45229	36.99	0.000
Error	27	33009	1223		
Total	35	242413			

**Table 10.** Ranking of the influence of the parameters on the microhardness, condition 'higher is better'.

Level	Alloy	Standoff distance	Powder feed rate	Carrier gas pressure
1	276.0	344.5	253.0	343.5
2	330.1	303.2	356.4	246.3
3	343.5	302.0	340.2	359.8
Delta	67.5	42.5	103.4	113.6
Rank	3	4	2	1



**Figure 13.** Main effects on the mean microhardness.

Level 3 of the ‘Standoff distance’ factor, showed the highest microhardness value. This result indicates that the distance of 200 mm coatings promoted higher microhardness values for these coatings. The increase in microhardness with shorter standoff distance is explained by the lower porosity of this sample and, consequently better splats cohesion.

For the ‘Powder feed rate’ factor, the level 1 showed the lowest microhardness values. Levels 2 and 3 (35 and 45 g.min<sup>-1</sup>) are responsible for the highest microhardness values, this behavior can be explained by the higher porosity of the samples with 25 g.min<sup>-1</sup> powder feed rate level.

The ‘carrier gas pressure’ factor did not showed a clear influence on the hardness. It was observed a microhardness increase on the samples deposited with the lower and higher levels of carrier gas pressure.

### 3.5. Optimized parameters and confirmation experiments

Considering the results obtained previously, the most influential factor was the “Alloy”, and the best results of porosity and oxide content were obtained with the ‘FeMnCrSi+Ni’ alloy.

The “Carrier gas pressure” was the second most influential factor, and it is evident that the pressure of 1.034MPa provides the best results for all analyzed properties. The “Standoff distance” is the third most influential factor, 200 mm of standoff distance produces the coatings with lower porosity and oxide content, improving the tensile adhesion strength.

The less influential factor observed in this study was the “Powder feed rate” where the highest value, 45g. min<sup>-1</sup>, produces an improvement on the coating porosity and microhardness.

A confirmation experiment was performed using the optimal combination of these parameters as shown in Table 11.

The morphology obtained with optimized parameters showed a significant microstructure improvement, with a more dense coating, improving the particles deformation, with thinner oxide interlayer formation, and lower porosity, compared with the samples deposited with the first set of parameters. Figure 14 shows SEM images of this coating.

The results of the sample deposited with the optimized parameter indicates a lower porosity and oxide content compared to the coatings obtained with the first set of parameters. The result of tensile adhesion tests was near the best results observed previously. The results of Vickers microhardness values are intermediate to those observed in coatings deposited during the analysis of parameters, because of the lower oxide contents, reducing the hardness of the sprayed coatings.

**Table 11.** Parameters used in the confirmation experiment.

Experiment	Alloy	Standoff distance	Powder feed rate	Carrier gas pressure
Confirmation	FeMnCrSi+Ni	200 mm	45 g.min <sup>-1</sup>	1.034 MPa

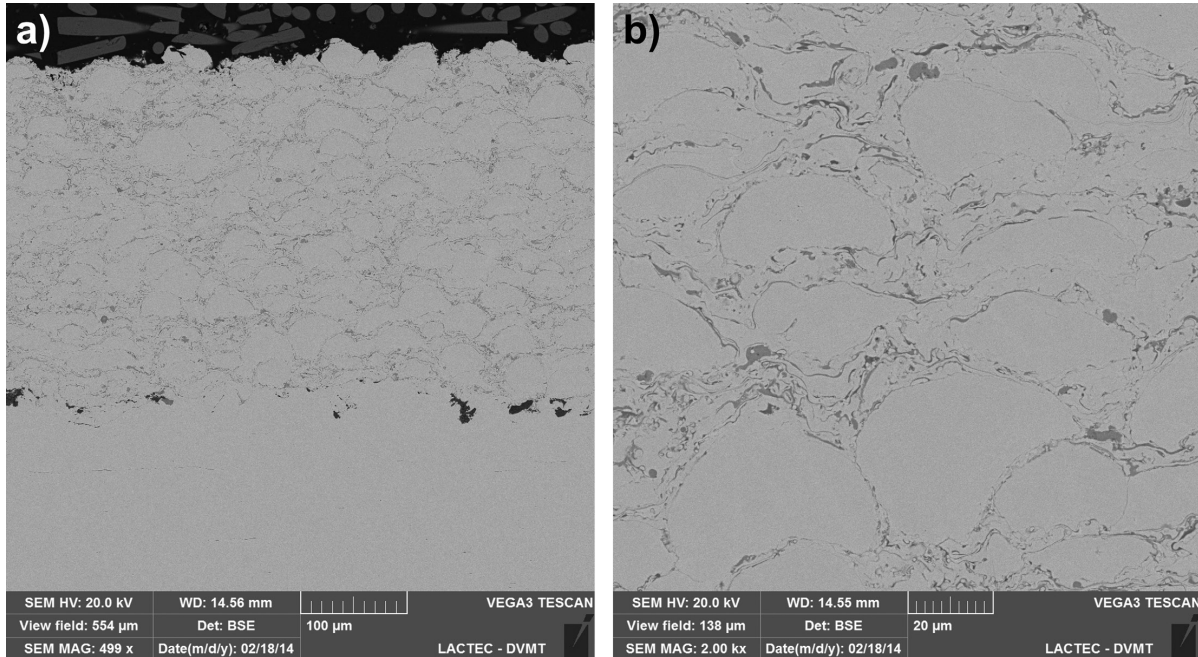
**Figure 14.** SEM images of the coating obtained with the optimized parameters. In (a) overview of the coating; (b) same area of the coating with 2000x magnification.

Table 12 shows the coatings properties of the sample deposited with the optimized parameter, compared with the best result obtained previously.

These results confirm the improvement on the properties (porosity, oxide content, tensile adhesion). In this case the porosity and oxide content reduction showed the improvement of the coating quality with the correct parameter optimization.

**Table 12.** Performance of the confirmation coating.

Property	Mean	Standard deviation	Best previous result	Percentage reduction
Porosity	0.05	0.02	0.31	83%
Oxide content	8.94	1.70	12.27	27%
Tensile Adhesion Strength	40.29	4.71	45.24	11%
Microhardness	366	22	441	17%

#### 4. Conclusions

The use of the Taguchi experimental design proved to be a great tool for analyzing the HVOF deposition process used in this work. After first experimental design, were selected the optimum level for each parameter. Resulting in a coating properties improvement.

Morphological analysis of the coatings, which involves porosity and oxide content analysis, showed a significant influence of the chemical composition of the alloy, spraying distance and carrier gas pressure on these properties.



Nickel addition reduces the oxide content and porosity, meanwhile the Boron addition improves the hardness of the coatings. The alloys with Nickel, in general, showed lower porosity and oxide content.

Carrier gas pressure and Standoff distance had a strong influence on the properties of the coatings, where the pressure of 1.034 MPa, for the carrier gas, and 200 mm distance deposition, were considered the optimized values. Feed rate showed less influence on the coatings properties, and the results are slight better for higher powder feed rate level, 45 g/min.

## References

- [1] Lima CRC, Trevisan RE. Ensaios de adesão em revestimentos metal-cerâmicos obtidos por Aspersão Térmica a Plasma. *Ciência & Tecnologia*. 1999;13:51-62.
- [2] Takimi AS. Obtenção de superligas de NiCrAlY nanoestruturadas por moagem de alta energia e sua aplicação por aspersão térmica hipersônica (HVOF) [masters dissertation]. Porto Alegre: Universidade Federal do Rio Grande do Sul; 2004.
- [3] Pukasiewicz AGM. Desenvolvimento de revestimentos Fe-Mn-Cr-Si-Ni resistentes à cavitação depositados por Aspersão ASP [doctor thesis]. Curitiba: Universidade Federal do Paraná; 2008.
- [4] Mariano C, Paredes RSC, Frare AF Jr. Desenvolvimento de revestimentos de nióbio resistentes a elevadas temperaturas depositados por Aspersão Térmica. In: Associação Brasileira de Psicoterapia Reencarnacionista. Proceedings of 4º Congresso Brasileiro de P&D em Petróleo e Gás – PDPETRO; 2007 Oct. 21-24; Campinas. Campinas: ABPR; 2007. p. 1-8.
- [5] Thorpe ML. Thermal spray - industry in transition. *Advanced Materials & Processes*. 1993;5:50-61.
- [6] Paredes RSC. Estudo de revestimentos de alumínio depositados por três processos de aspersão térmica para a proteção do aço contra a corrosão marinha [doctor thesis]. Florianópolis: Universidade Federal de Santa Catarina; 1998.
- [7] Factor M, Roman I. Vickers microindentation of WC-12%Co thermal spray coating Part1: statistical analysis of microhardness data. *Surface and Coatings Technology*. 2000;132(2-3):181-193. [http://dx.doi.org/10.1016/S0257-8972\(00\)00738-6](http://dx.doi.org/10.1016/S0257-8972(00)00738-6).
- [8] Lima MM, Godoy C, Modenesi PJ, Avelar-Batista JC, Davison A, Matthews A. Coating fracture toughness determined by Vickers indentation: an important parameter in cavitation erosion resistance of WC-Co thermally sprayed coatings. *Surface & Coatings Technology*. 2004;177-178:489-496.
- [9] Yuping W, Pinghua L, Chenglin C, Zehua W, Ming C, Junhua H. Cavitation erosion characteristics of a Fe-Cr-Si-B-Mn coating fabricated by high velocity oxy-fuel (HVOF) thermal spray. *Materials Letters*. 2007;61(8-9):1867-1872. <http://dx.doi.org/10.1016/j.matlet.2006.07.147>.
- [10] March, P, e Hubble, J.. Evaluation of relative cavitation erosion rates for base materials, weld overlays, and coatings. Norris: Tennessee Valley Authority Engineering Laboratory; 1996. Report N° WR28-1-900-282.
- [11] Boccanera L, Barra SR, Buschinelli AJA, Schwetzke R, Kreye H. Cavitation erosion resistance of Co-alloyed stainless steel weld cladding as compared to thermal sprayed coatings. In: Associação Brasileira Soldagem. Anais do XXV Encontro Nacional de Tecnologia da Soldagem; 1999 Sep. 8-10; Belo Horizonte. Belo Horizonte: ABS; 1999.
- [12] Kreye H, Schwetzke R, Buschinelli A, Boccanera L. Cavitation erosion resistant coatings produced by thermal spraying and by weld cladding. In: ASM International the Materials Information Society. Proceedings of the 15th International Thermal Spray Conference; 1998 May 25-29; Nice. Nice: ASM International; 1998.
- [13] Schwetzke R, Kreye H. Cavitation erosion of HVOF coatings. In: ASM International the Materials Information Society. Proceedings of the 9th National Thermal Spray Conference; 1996 Oct. 7-11; Ohio. Ohio: ASM International; 1996; p. 153-158.
- [14] Lopes AC. Avaliação da soldabilidade dos aços inoxidáveis ferríticos extra baixo intersticiais EBI/p444 [masters dissertation]. Curitiba: Universidade Federal do Paraná; 2005.
- [15] Taguchi G. Engenharia da qualidade em sistemas de produção. São Paulo: McGraw-Hill; 1990.
- [16] Roy RK. Design of experiments using the Taguchi Approach: 16 steps to product and process improvement. New York: John Wiley & Sons; 2001.
- [17] Sulzer Metco. Diamalloy® 1003 austenitic stainless steel. Jundiaí: Sulzer Metco; 2000. Technical Bulletin #10-402.
- [18] Yuping W, Pinghua L, Chenglin C, Zehua W, Ming C, Junhua H. Cavitation erosion characteristics of a Fe-Cr-Si-B-Mn coating fabricated by high velocity oxy-fuel (HVOF) thermal spray. *Materials Letters*. 2007;61(8-9):1867-1872. <http://dx.doi.org/10.1016/j.matlet.2006.07.147>.
- [19] Jones M, Horlock AJ, Shipway PH, McCartney DG, Wood JV, Horlock AJ et al. A comparison of the abrasive wear behaviour of HVOF sprayed titanium carbide- and titanium boride-based cermet coatings. *Wear*. 2001;251(1-12):1009-1016. [http://dx.doi.org/10.1016/S0043-1648\(01\)00702-5](http://dx.doi.org/10.1016/S0043-1648(01)00702-5).
- [20] Bolelli G, Bonferroni B, Laurila J, Lusvarghi L, Milantia A, Niemib K. et al. Micromechanical properties and sliding wear behavior of HVOF-sprayed Fe-based alloy coatings. *Wear*. 2012;276-277:29-47. <http://dx.doi.org/10.1016/j.wear.2011.12.001>.
- [21] Lee CH, Min KO. Effects of heat treatment on the microstructure and properties of HVOF-sprayed Ni-Cr-W-Mo-B alloy coatings. *Surface and Coatings Technology*. 2000;132:p.49-57.
- [22] Carrasquero EJ, Lesage J, Puchi-Cabrera ES, Staia MH. Fretting wear of HVOF Ni-Cr based alloy deposited on SAE 1045 steel. *Surface and Coatings Technology*. 2008;202(18):4544-4551. <http://dx.doi.org/10.1016/j.surfcoat.2008.04.040>.
- [23] Wu Y, Hong S, Zhang J, He Z, Guo W, Wang Q. et al. Microstructure and cavitation erosion behavior of WC-Co-Cr coating on 1Cr18Ni9Ti stainless steel by HVOF thermal spraying. *Journal of Refractory Metals and Hard Materials*. 2012;32:21-26. <http://dx.doi.org/10.1016/j.jrmhm.2012.01.002>.
- [24] Wu Y, Lin P, Xie G, Hu J, Cao M. Formation of amorphous and nanocrystalline phases in high velocity oxy-fuel thermally sprayed a Fe-Cr-Si-B-Mn alloy. *Materials Science and Engineering*. 2006;430(1-2):34-39. <http://dx.doi.org/10.1016/j.msea.2006.05.095>.
- [25] Zhang C, Liu L, Chan KC, Chen Q, Tang CY. Wear behavior of HVOF-sprayed Fe-based amorphous coatings. *Intermetallics*. 2012;29:80-85. <http://dx.doi.org/10.1016/j.intermet.2012.05.004>.
- [26] Kim H, Grossi S, Kweon Y. Characterization of Fe-Cr-B based coatings produced by HVOF and PTA processes. *Metals and Materials*. 1999;5(1):63-72. <http://dx.doi.org/10.1007/BF03026006>.



- [27] Zhou Z, Wang L, He DY, Wang FC, Liu YB. Microstructure and wear resistance of Fe-based amorphous metallic coatings prepared by HVOF thermal spraying. *Journal of Thermal Spray Technology*. 2010;19(6):1287-1293. <http://dx.doi.org/10.1007/s11666-010-9556-2>.
- [28] American Society for Testing and Materials – ASTM. ASTM C633-01: Standard test method for adhesion or cohesion strength of thermal spray coatings. Pennsylvania: ASTM International; 2008.
- [29] Amushahi MH, Ashrafizadeh F, Shamanian M. Characterization of boride-rich hardfacing on carbon steel by arc spray and GMAW processes. *Surface and Coatings Technology*. 2010;204(16-17):2723-2728. <http://dx.doi.org/10.1016/j.surfcoat.2010.02.028>.
- [30] Fredriksson W, Malmgren S, Gustafsson T, Gorgoi M, Edström K. Full depth profile of passive films on 316L stainless steel based on high resolution HAXPES in combination with ARXPS. *Applied Surface Science*. 2012;258(15):5790-5797. <http://dx.doi.org/10.1016/j.apsusc.2012.02.099>.
- [31] Syed AA, Denoirjean A, Denoirjean P, Labbe JC, Fauchais P. In-flight oxidation of stainless steel particles in plasma spraying. *Journal of Thermal Spray Technology*. 2005;14(1):117-124. <http://dx.doi.org/10.1361/10599630522675>.
- [32] Rossi A, Elsener B. Role of the interface oxide film/alloy composition and stability of stainless steels. *Materials and Corrosion*. 2012;63(12):1188-1193.
- [33] Sobolev VV, Guilemany JM. Effect of oxidation on droplet flattening and splat-substrate interaction in thermal spray. *Journal of Thermal Spray Technology*. 1999;8(4):523-530. <http://dx.doi.org/10.1361/105996399770350205>.

## APÊNDICE II

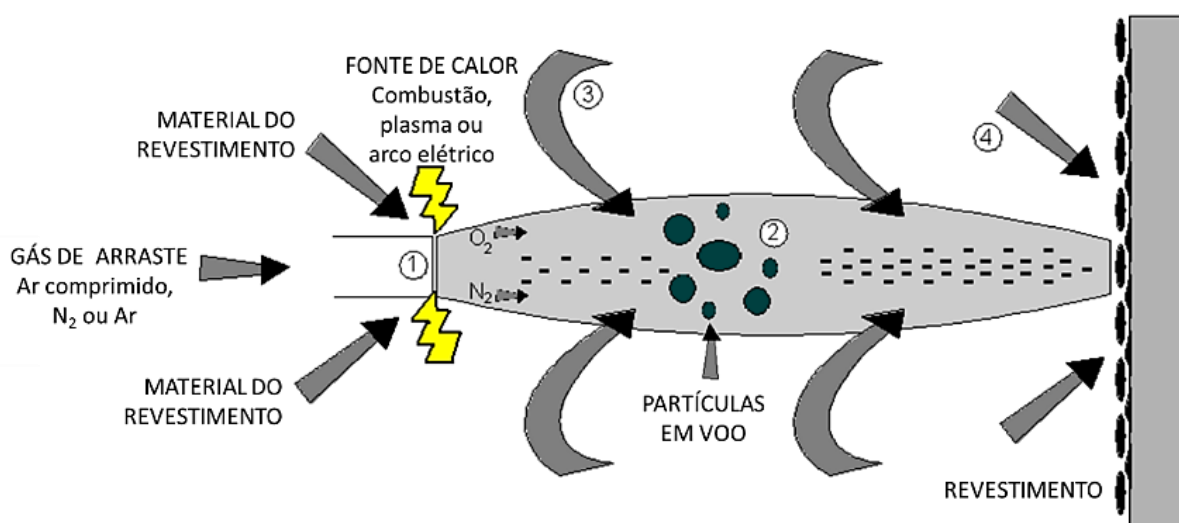
### Otimização de parâmetros do processo de aspersão térmica chama-pó para o revestimento FeCrMnSiB

O estudo de otimização de parâmetros do processo chama-pó para os revestimentos FeCrMnSiB foi realizado através de um projeto de iniciação científica, executado pelo aluno do Curso de Engenharia Mecânica da UFPR, Pedro P. B. Costa, orientado pelo Professor Dr. Ramón S. C. Paredes e coorientado pelo autor desta tese Gustavo B. Sucharski. Este trabalho foi apresentado no 14º ENAF (Encontro de Atividades Formativas) realizado na 7ª SIEPE (Semana Integrada de Ensino, Pesquisa e Extensão) na Universidade Federal do Paraná em outubro de 2015.

Este trabalho consistiu em analisar a influência dos parâmetros de processo nas características das partículas aspergidas e os principais mecanismos de oxidação no processo de aspersão térmica chama-pó.

Segundo o modelo sugerido por Rodriguez (2007) (Figura 69), existem quatro principais mecanismos de oxidação nos processos de aspersão térmica: no ponto 1, na fonte de calor, as partículas têm o primeiro e mais relevante contato com ambiente oxidante, ponto mais significativo para o processo ASP, onde há neste mesmo ponto, devido a elevada energia do arco elétrico, a dissociação do ar atmosférico, tornando este ponto rico em gás nitrogênio ( $N_2$ ) e ( $O_2$ ).

FIGURA 69 - MODELO DOS PRINCIPAIS MECANISMOS DE OXIDAÇÃO NOS PROCESSOS DE ASPERSÃO TÉRMICA



FONTE: Adaptado de Rodriguez (2007).

No ponto 2, durante o voo, há oxidação entre a partícula e o gás de transporte devido ao oxigênio presente no fluxo de aspersão, oriundo do gás de arraste, quando este for por ar comprimido, e da queima incompleta do oxigênio, quando o processo utiliza combustão como fonte de calor; no ponto 3, ar do meio ambiente que envolve a zona de transferência das partículas, contém uma quantidade considerável de oxigênio e é arrastado devido ao fluxo turbulento; e no ponto 4, partículas e/ou camadas já ancoradas ao substrato, região ainda quente (recém depositada) que ficam expostas ao oxigênio do ar do meio ambiente após deslocamento da pistola.

Segundo esse princípio, é possível interferir, sem que seja feita nenhuma adaptação no processo, nos pontos 2 e 3.

No ponto 2, para o processo chama-pó, é possível controlar a proporção dos gases de combustão, a quantidade de gás de transporte, a taxa de alimentação de pó e a granulometria do pó.

A razão dos gases de combustão permite, pelo controle do fluxo dos gases, regular a proporção de oxigênio e de combustível, bem como o fluxo total, a fim de conseguir uma queima completa e sem excesso de oxigênio, maximizando a temperatura da chama, consequentemente a velocidade de projeção dos gases de combustão.

A quantidade de gás de transporte permite, através do controle de vazão de gás, aumentar a velocidade com que o pó é injetado na chama, bem como o volume de gás inerte envolvendo as partículas, porém o excesso desse gás reduz a quantidade de calor transferido para as partículas.

A taxa de alimentação de pó permite controlar a quantidade de pó que será arrastado e injetado na chama, com isso é possível aumentar, ou diminuir, a área de material exposto a fonte de calor e a atmosfera oxidante, ou seja, para uma determinada combinação de parâmetros, menos quantidade de pó significa menos área para dividir com a quantidade de oxigênio disponível (maior o nível de oxidação). Porém, grande quantidade de pó, significa maior volume de material para dividir a mesma quantidade de calor disponível (menor temperatura de partícula).

No ponto 3, é possível ajustar a distância de deposição, minimizando este mecanismo, devido ao menor tempo de voo das partículas, sendo que a distância ideal é aquela que permite que as partículas aqueçam o máximo possível sem perder velocidade.

Para conhecer a influência desses parâmetros nas características dos revestimentos foram feitos dois estudos: análise sobre a morfologia da seção transversal

dos revestimentos, por MEV e EDS; e análise das características de temperatura e velocidade de partículas durante o voo, para isto foi utilizado o DPV eVOLUTION, fabricado pela TECNAR, este é um equipamento capaz de coletar dados de velocidade e de luminosidade (comprimento de onda) das partículas aspergidas.

Inicialmente foi definida uma série de combinações de parâmetros baseada no valores sugeridos pelo fabricante da pistola para deposição de ligas de aço inoxidável. As combinações exploraram situações onde a chama é carburante (pouco oxigênio), neutra, e oxidante (excesso de oxigênio), com diferentes valores de taxa de alimentação do pó e distância. A Tabela 9 apresenta as combinações de parâmetros utilizadas.

TABELA 9 - COMBINAÇÕES DE PARÂMETROS DO PROCESSO CHAMA PÓ

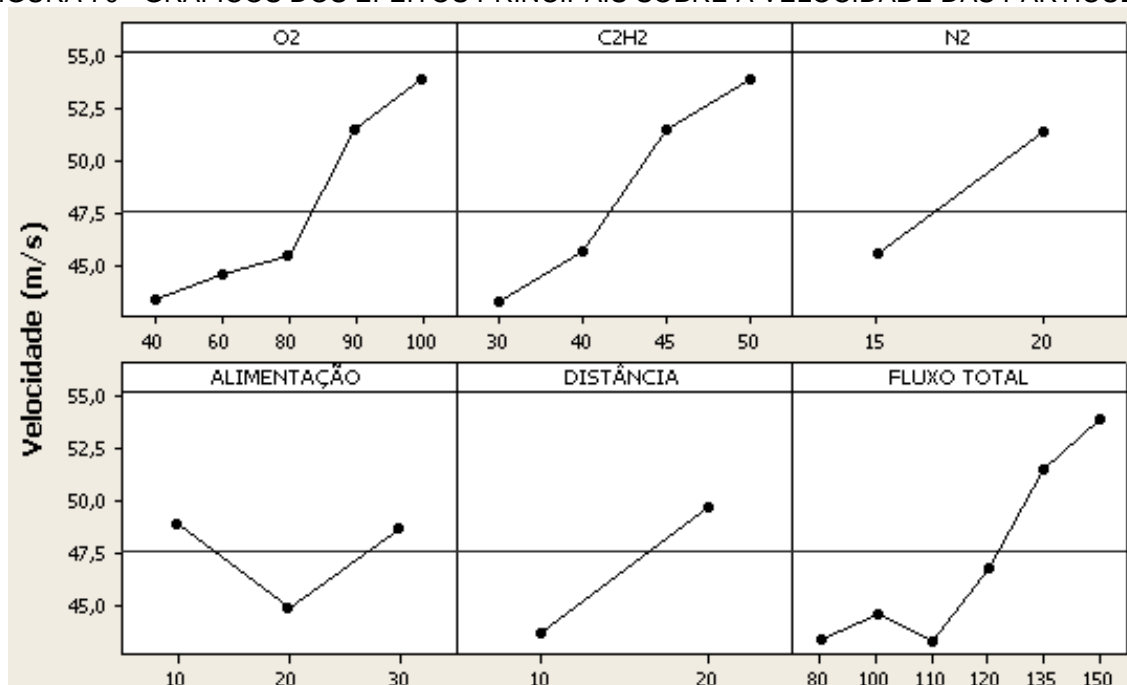
Teste	Oxigênio O <sub>2</sub> (pé <sup>3</sup> /h)	Acetileno C <sub>2</sub> H <sub>2</sub> (pé <sup>3</sup> /h)	Relação O <sub>2</sub> / C <sub>2</sub> H <sub>2</sub>	Fluxo total (pé <sup>3</sup> /h)	Gás de transporte N <sub>2</sub> (pé <sup>3</sup> /h)	Tx. de alimentação (g/min)	Distância (cm)
1	80	40	2	120	15	20	5
2	80	40	2	120	15	20	10
3	60	40	1,5	100	15	20	10
4	40	40	1	80	15	20	10
5	80	30	2,6	110	15	20	10
6	80	40	2	120	15	30	10
7	60	40	1,5	100	15	30	10
8	40	40	1	80	15	30	10
9	80	30	2,6	110	15	30	10
10	80	40	2	120	15	10	10
11	60	40	1,5	100	15	10	10
12	40	40	1	80	15	10	10
13	80	30	2,6	110	15	10	20
14	80	40	2	120	15	20	20
15	60	40	1,5	100	15	20	20
16	40	40	1	80	15	20	20
17	80	30	2,6	110	15	20	20
18	90	45	2	135	15	10	20
19	90	45	2	135	20	30	20
20	80	40	2	120	20	30	20
21	100	50	2	150	20	30	20

FONTE: O autor (2016).

As Figura 70 e Figura 71 mostram os resultados das médias dos efeitos principais para todos parâmetros estudados, utilizando material prima de granulometria  $-45+15\ \mu\text{m}$ .

Os resultados mostram que, em relação aos fluxos dos gases de combustão, existe uma tendência de aumentar a velocidade e a temperatura das partículas para as maiores quantidades de fluxo de gás oxigênio ( $\text{O}_2$ ) e acetileno ( $\text{C}_2\text{H}_2$ ), bem como para maiores quantidade de fluxo total. Isso mostra que a medida de redução de oxigênio na chama como meio de reduzir a oxidação do revestimento reduz a temperatura das partículas, podendo resultar no aumento de porosidade devido a diminuição da molhabilidade das partículas.

FIGURA 70 - GRÁFICOS DOS EFEITOS PRINCIPAIS SOBRE A VELOCIDADE DAS PARTÍCULAS



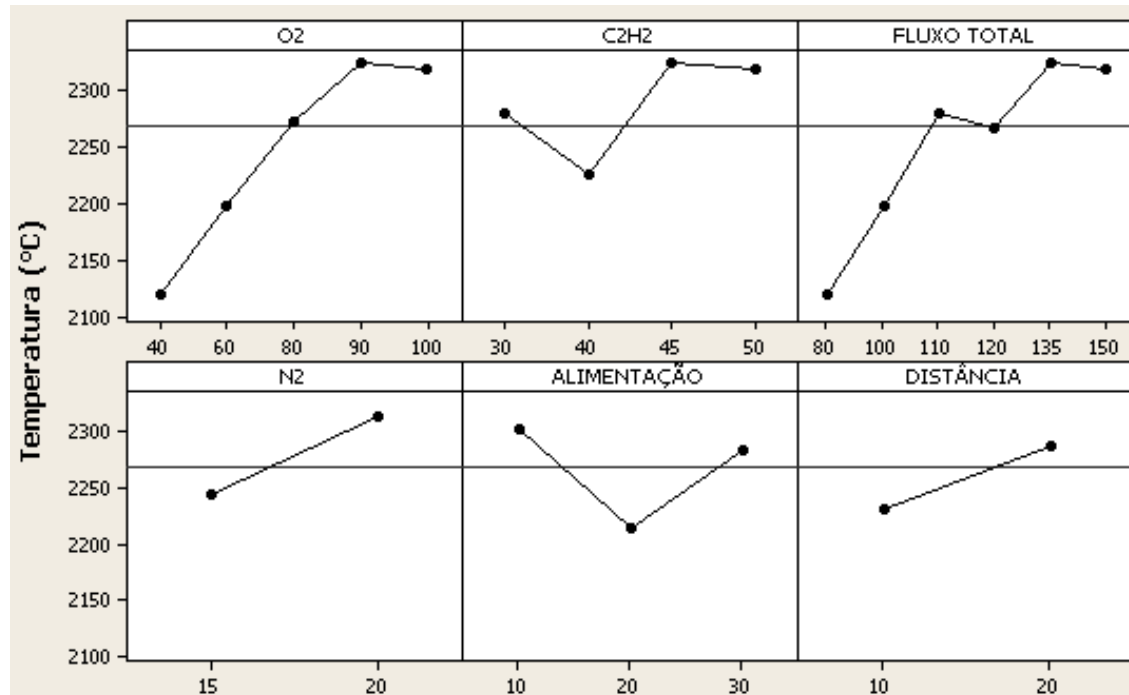
FONTE: O autor (2016).

O gás de transporte ( $\text{N}_2$ ) tem maior efeito na velocidade, mas de um modo geral, com o aumento do seu fluxo tem-se um aumento de temperatura e velocidade das partículas.

A taxa de alimentação de pó apresenta pouca influência sobre a velocidade, porém para menores taxas há uma pequena tendência de aumento de temperatura das partículas.

A distância exerce maior efeito sobre a velocidade do que sobre a temperatura, sendo que a maior distância há aumento de velocidade e temperatura.

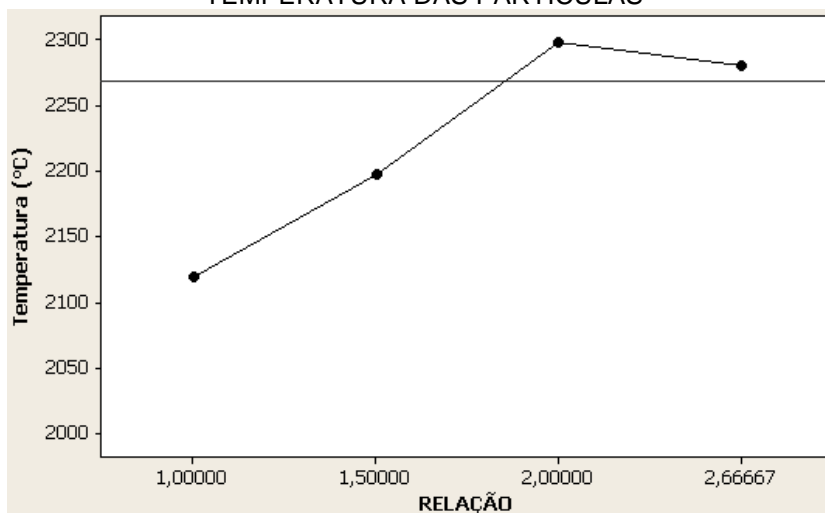
FIGURA 71 - GRÁFICOS DOS EFEITOS PRINCIPAIS SOBRE A TEMPERATURA DAS PARTÍCULAS



FONTE: O autor (2016).

A Figura 72 apresenta o gráfico das médias dos efeitos principais para relação entre os gases de combustão, neste é possível verificar o grande efeito sobre a temperatura, sendo evidente a influência da quantidade de oxigênio da mistura de combustão na temperatura das partículas.

FIGURA 72 - GRÁFICO DOS EFEITOS PRINCIPAIS DA RELAÇÃO DE COMBUSTÃO SOBRE A TEMPERATURA DAS PARTÍCULAS

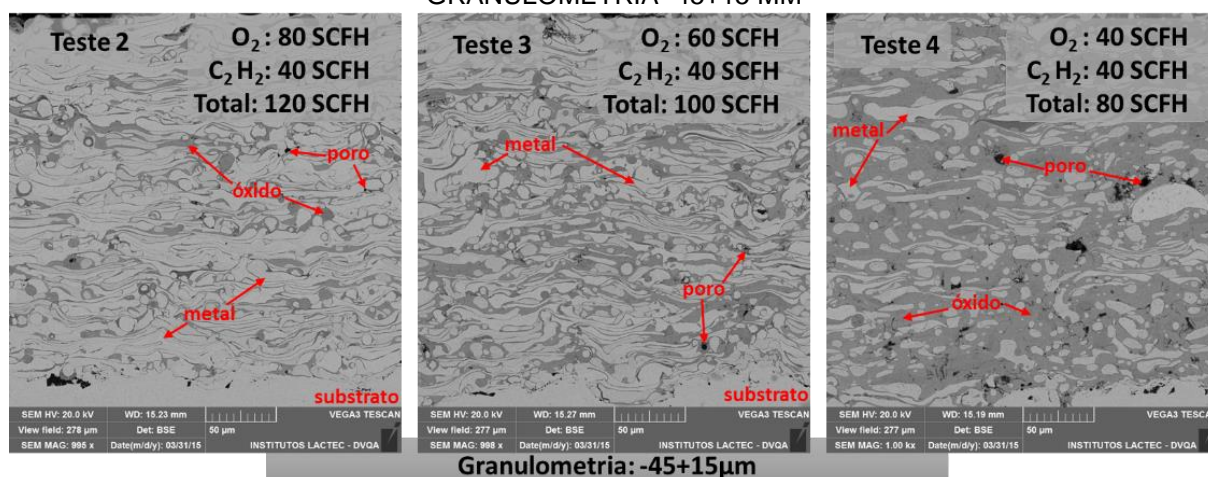


FONTE: O autor (2016).

A Figura 73 mostra a morfologia da seção transversal dos testes 2, 3 e 4, onde é possível comparar o efeito da redução do fluxo de oxigênio para um mesmo fluxo de acetileno, ou seja, redução do fluxo total, com chama pobre em oxigênio (combustante). O nível de oxidação interlamelar aumenta com a redução de oxigênio. Isso ocorre devido a uma soma de fatores:

- A falta de oxigênio na reação de combustão é balanceado pelo oxigênio atmosférico. Sendo assim, devido à falta de oxigênio na mistura, a reação de combustão se propaga por uma distância maior, gerando uma grande atmosfera onde ainda há oxigênio à queimar, prolongando o tempo de exposição das partículas quentes em voo a essa atmosfera.
- A redução do fluxo total não gera a turbulência necessária para garantir uma mistura homogeneia dos gases na câmara de mistura, o que faz com que aumente a possibilidade de haver oxigênio livre após o primeiro estágio da queima.
- Menor fluxo total gera uma redução de velocidade de partícula, aumentando o tempo de exposição das partículas quentes em voo nesta atmosfera oxidante.

FIGURA 73 - MORFOLOGIA DA SEÇÃO TRANSVERSAL DOS TESTES 2, 3 E 4 COM GRANULOMETRIA -45+15 MM



FONTE: O autor (2016).

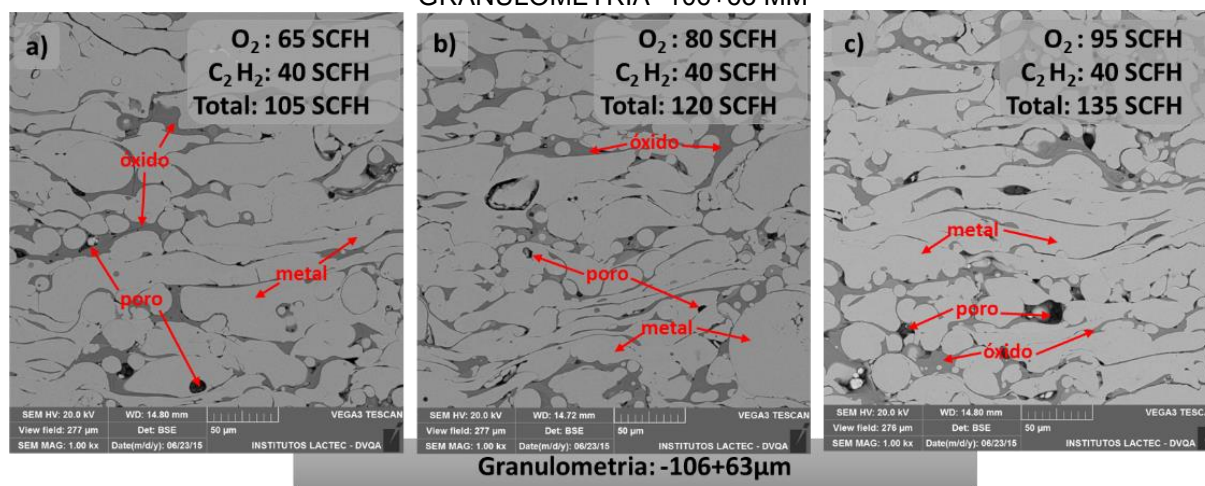
Adicionalmente, foram realizados alguns testes com diferentes granulometrias para verificar sua influência sobre o teor de óxidos. Os parâmetros utilizados para estes testes foram baseados no experimento anterior, onde foi observado redução de teor de óxidos para maiores valores de fluxo de oxigênio e fluxo total.



Foram utilizadas combinações de parâmetros com maior quantidade de fluxo de oxigênio, com o objetivo de testar o efeito combinado do aumento da relação oxigênio/acetileno com o aumento do fluxo total, em um pó de granulometria -106+45  $\mu\text{m}$ .

A Figura 74 mostra a morfologia da seção transversal dos testes adicionais. Esses resultados apresentam a grande influência da granulometria sobre o teor de óxidos interlamelares. O revestimento da Figura 74 (a) foi preparado com parâmetros muito similares aos utilizados no teste 3 (Figura 73), se diferenciando apenas e um acréscimo de 5 SCFH de oxigênio, porém há uma grande diferença morfológica entre esses revestimentos, sendo evidente a grande redução do teor de óxidos interlamelares, porém houve um aumento de porosidade.

FIGURA 74 - MORFOLOGIA DA SEÇÃO TRANSVERSAL DOS TESTES COM GRANULOMETRIA -106+63 MM



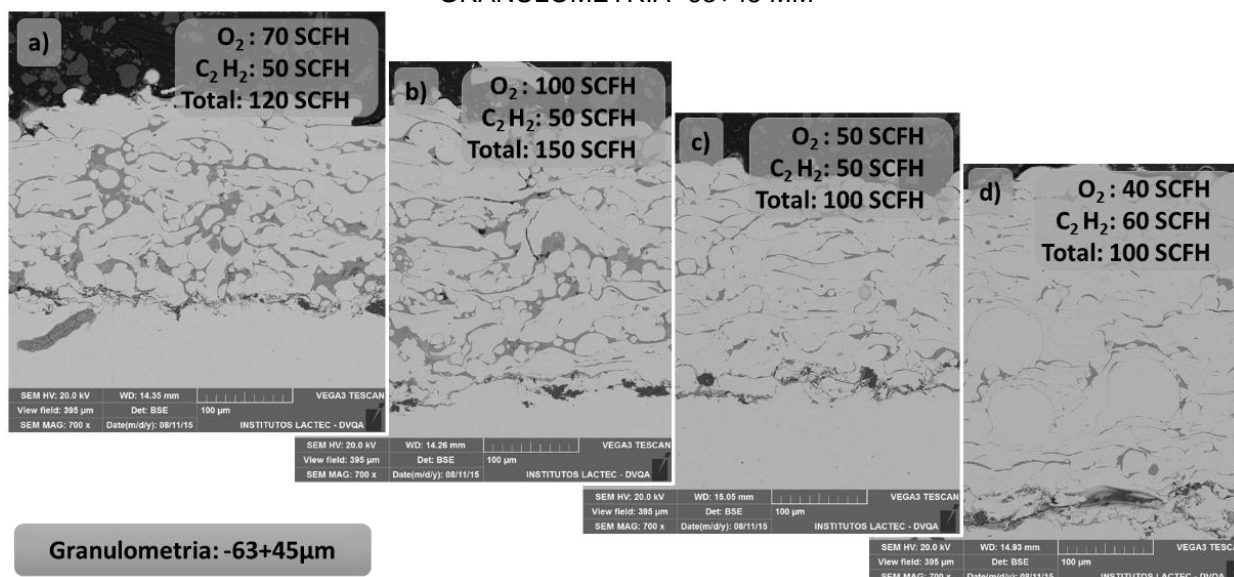
FONTE: O autor (2016).

O aumento do fluxo de oxigênio e fluxo total não gera grande influência no teor de óxidos, apenas é observada uma pequena redução de espessura das lamelas para as condições de maior fluxo total (Figura 74 b) e c)). Isto é o efeito do aumento de velocidade de partícula devido ao aumento de velocidade de propagação dos gases de combustão, gerado pelo aumento de fluxo.

Um teste de confirmação foi realizado com a matéria prima de granulometria intermediária, -63+45  $\mu\text{m}$ , a fim de conseguir uma combinação dos benefícios de redução do teor de óxidos sem aumentar a porosidade do revestimento. Neste experimento foi testado novamente algumas relações de oxigênio/combustível e fluxo total.

A Figura 75 mostra a morfologia da seção transversal dos testes finais. Nesta é possível verificar que, para esta granulometria e com fluxo total em 100 SCFH, há uma grande redução do teor de óxidos interlamelares, bem como de porosidade.

FIGURA 75 - MORFOLOGIA DA SEÇÃO TRANSVERSAL DOS TESTES DE CONFIRMAÇÃO COM GRANULOMETRIA -63+45 MM



FONTE: O autor (2016).

Portanto, é possível afirmar que, para o processo de aspersão térmica chama pó, o principal mecanismo de oxidação é o ponto 2 da Figura 69, pois a partir do controle da atmosfera desse ponto foi possível reduzir significativamente o teor de óxidos interlamelares.

Sendo assim, este estudo mostra que, através do controle dos parâmetros de fluxo dos gases de combustão, é possível obter revestimentos de aço inoxidável com baixo teor de óxidos e poros pelo processo chama pó.

### APÊNDICE III

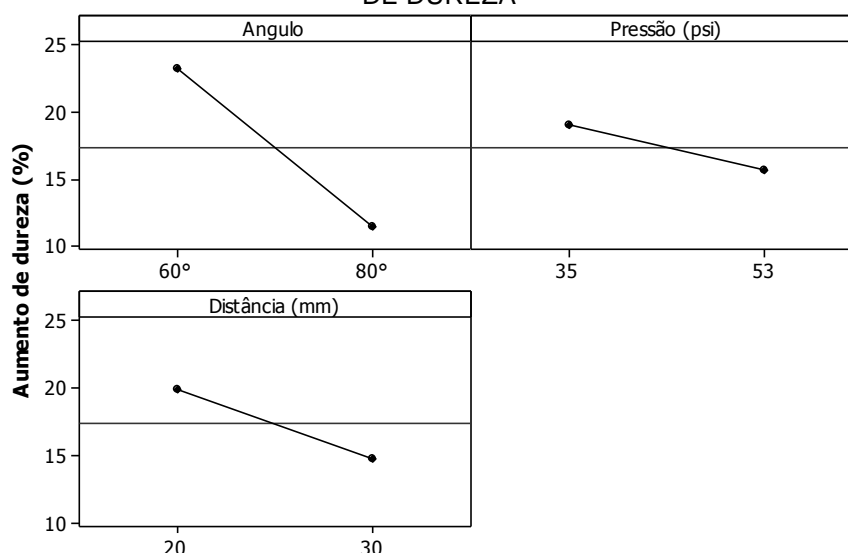
Dados retirados do relatório técnico de título “Aplicação e avaliação do processo shot peening em função da resistência à cavitação, acabamento, tensão residual e transformações de fase, para as novas ligas desenvolvidas depositadas pelo processo HVOF”, onde foram apresentados os resultados do estudo envolvendo os tratamentos pro shot peening (VÁZ, SUCHARSKI, PUKASIEWICZ, CAPRA, 2014a).

Os testes foram conduzidos inicialmente sobre o metal base, a fim de conhecer a influência de alguns parâmetros em relação às alterações de dureza superficial induzida pelo processo.

Foram estudados dois ângulos de ataque das granalhas ( $60^\circ$  e  $80^\circ$ ), duas pressões de tratamento (35 e 53 psi) e duas distancias (20 e 30 cm).

Na Figura 76 são apresentados os gráficos dos efeitos dos parâmetros sobre o aumento percentual de dureza, evidenciando que o tratamento que produz o menor aumento de dureza é o ângulo mais próximo da perpendicularidade ( $80^\circ$ ), a maior pressão (53 psi) e a maior distância (30 cm).

FIGURA 76 - GRÁFICOS DOS EFEITOS DOS PARÂMETROS SOBRE O AUMENTO PERCENTUAL DE DUREZA



FONTE: O autor (2016).

Estes parâmetros foram ajustados em função destes resultados, sendo considerado os valores que resultam em um menor efeito da intensidade do *shot peening*. Esses novos parâmetros foram testados sobre o revestimento depositado por HVOF, antes da otimização de parâmetros de aspersão, e foram publicados no congresso ITSC2015, apresentado no APÊNDICE IV.

## APÊNDICE IV

SUCHARSKI, G. B., PAREDES, R. C. S., PUKASIEWICZ, A. G. M., VAZ, R. F. **Shot peening effect on the morphology and roughness of HVOF coatings.** Anais: International Thermal Spray Conference – ITSC2015, ASM International, p.856-862, California, USA, 2015b.

# Shot Peening Effect on the Morphology and Roughness of HVOF Coatings

**Gustavo Bavaresco Sucharski, Ramón Sigifredo Cortés Paredes**

*UFPR Federal University of Paraná, Curitiba, Paraná, Brazil*

*gustavobavaresco@gmail.com, ramon@ufpr.br*

*55-41-33613693, Centro Politécnico, UFPR, Av. Cel Francisco H. dos Santos, 210, Jardim das Américas, 81531-980*

**Anderson Geraldo Marenda Pukasiewicz**

*UTFPR-PG Federal University of Technology - Paraná, Ponta Grossa, Paraná, Brazil*

*anderson@utfpr.edu.br, 55-42-32357088, Av. Monteiro Lobato, km04, s/n, 84016-210*

**Rodolpho Fernando Vaz**

*Lactec Institute of Technology for Development, Curitiba, Paraná, Brazil*

*rodolpho@lactec.org.br, 55-41-33616258, Av. Lothario Meissner, 01, 81531-980 CP 19067*

## Abstract

The HVOF process is characterized by the deposition of a low porosity and oxide content coating and the particles projected by this process have high kinetic energy, resulting in a high density coating. However, the presence of non-melted particles can affect the porosity, tensile adhesion, hardness and surface finishing. In this article, the influence of the shot peening treatment on morphology, porosity, tensile adhesion and roughness of some FeMnCrSi(Ni/B) HVOF coatings have been studied. High carbon steel particles with spherical geometry were used for shot peening. The results show that the shot peening reduces the porosity, mainly in the coatings with higher porosity level, and generates an increase of hardness with no phase transformations. The increase in adherence is also a benefit generated by the treatment. The surface quality analyses show a significant roughness reduction. With shot peening a compressive residual stress state was achieved in the coating, improving mechanical properties.

## Introduction

Depositing a sprayed coating can guarantee the structural and metallurgical integrity of the component, whereupon the great advantage of the thermal spraying over other processes used for the application of coatings, such as welding, is the non-occurrence of thermal cycles with strong heating and cooling of the substrate, with minimal degradation of fatigue properties [1].

The properties of the sprayed coatings are directly dependent upon the deposition process, the feedstock and resulting morphology. The morphology is defined as the formation of the lamellae structure characteristic of the sprayed coating constituted by the alloy, pores and oxides. The quantity of pores and oxides is dependent upon the spraying, parameters and deposition procedure [2].

The residual stress of sprayed coatings is an important factor that influences the integrity and performance of the coating and the component [3]. Tensile residual stress can reduce the

performance of the coating, for example, hydraulic components are subject to cavitation erosion, operational stresses and residual stress. This sum, operating stress with residual stress, can accelerate the erosion process, facilitating the pullout mechanism of the splats or particles, as well the nucleation of cracks [4].

The blasting process with spherical grit, known as shot peening, aims to produce compressive stress on a surface [5]. These compressive stresses relieve or eliminate the tensile stresses in the material, resulting in several benefits in fatigue life of the treated components [6]. In addition, depending on the material, may cause an increase of surface hardness of the material.

More specifically, the shot peening is a cold working surface treatment, which uses small grit of steel, glass or ceramic, accelerated at high speed against the surface of a component in order to remove residual tensile stresses or generate compressive residual stresses on the surface [7].

With this treatment, thermally sprayed coatings, can change the morphology of the coating, it is possible to increase the quality with porosity reduction, due to the deformation generated by consecutive impacts on the surface, which is a consequence of the reduction of the volume of pores and interlayer voids. This reduction can bring many benefits to the microstructure of the coatings and their mechanical properties and corrosion resistance, however it should be noted that improvements depend on the alloy used as a coating and its operating conditions.

The aim of this work is study the influence of shot peening on the porosity, hardness and surface profile (roughness) of two different coatings with different levels of porosity, deposited by HVOF thermal spraying.

## Experimental Procedure

### Materials and Process

Coatings were prepared on carbon SAE 1020 steel substrate with 150x35x3,2 mm. The cleaning and surface preparation

was done by grit blasting, with white aluminum oxide, grain size 500µm (36 mesh). The two alloys selected for this study are based on a FeMnCrSi chemical composition with additions of nickel and boron, with the austenitic microstructure, these being derived from an alloy developed by Pukasiewicz (2008) [8, 9]. These alloys were produced by argon atomization, showing spherical morphology with particle satellites (Fig. 1).

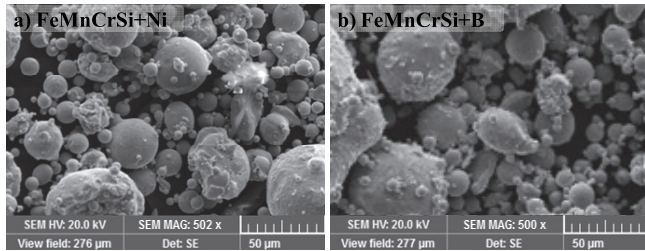


Figure 1: Morphology powder containing particles satellites. In (a) FeMnCrSi+Ni alloy and (b) FeMnCrSi+B alloy.

The equipment used for the deposition of the coatings was a HVOF Diamond Jet 2700 gun from Sulzer Metco. The depositions were automated with a system developed at the Laboratory of Thermal Spraying and Special Welding (LABATS – Laboratório de Aspersão Térmica e Soldagens Especiais) from Federal University of Paraná, which can guarantee deposition speed and interpass distance, Fig. 2. The parameters of deposition are described in Table 1 and were defined from the values recommended by the manufacturer for deposition of similar commercial alloys such as 316L [10].

The justification to use two different sets of parameters is to obtain two levels of porosity, allowing a comparison of the effect of shot peening in a low porosity with a higher porosity coating. It is expected that the set of parameters used for the boron alloy coating induces the higher porosity. For lower carrier gas pressure (130 psi), the velocity of the particles tends to decrease, thus the exposure time of the particles in the region of highest flame temperature is higher, causing overheating with a higher chance of fusion of the particles. These particles can deform and/or fragment and tend to have higher formation of splashes when this occurs it is expected that there are gaps in the subsequent particles accommodation forming regions with lack of material, namely pores or voids.

The parameters used for the shot peening treatment are shown in Table 2. Shot peening distance and angle are fixed during the surface treatment. The shot peening was made on a single point, ie there was no change of jet nozzle, nor the sample, and the thermally sprayed sample area is less than the jet coverage area. Fig. 3 shows a schematic drawing of the shot peening process.

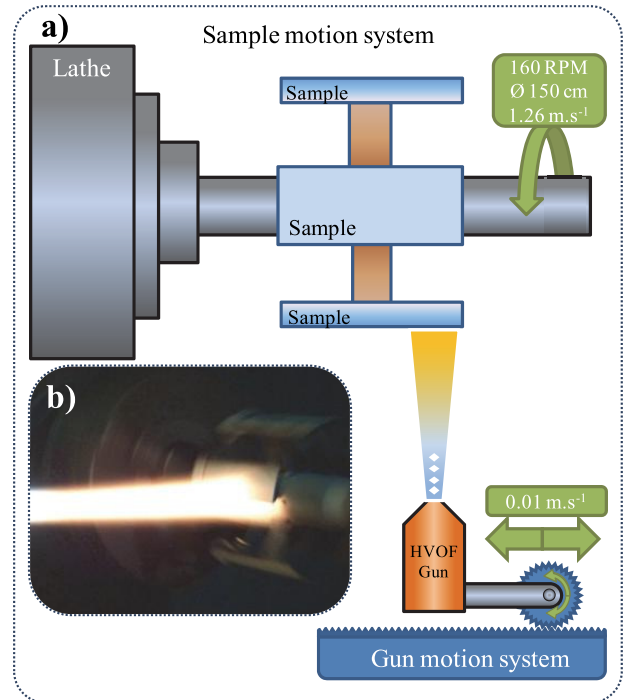


Figure 2: Automated deposition system: (a) schematic drawing of the sample holder and the system horizontal of the gun displacement; (b) real image of the system in operation.

Table 1. Parameters for HVOF spraying.

Parameters	FeMnCrSi+Ni	FeMnCrSi+B
Oxygen flow	265.4 l.min <sup>-1</sup>	
Propylene flow	71.4 l.min <sup>-1</sup>	
Air flow	317.0 l.min <sup>-1</sup>	
Powder feed rate	45 g.min <sup>-1</sup>	
Deposition speed	1,26 m.s <sup>-1</sup>	
Distance interpass	5 mm	
Carrier gas pressure	150 psi	130 psi
Spraying distance	350 mm	200 mm

Table 2. Parameters for shot peening treatment.

Parameters	Value
Attack angle of grit	90°
Nozzle diameter	6 mm
Air pressure	60 psi
Distance nozzle/sample	250 mm
Blasting time	15 s
Grit	S-390 (σ ≈ 1,0 mm)



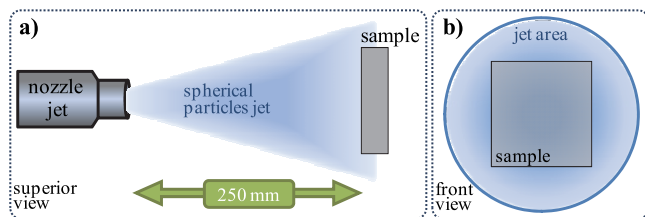


Figure 3: Schematic drawing of shot peening performed. In (a) top view, showing the positioning perpendicular of the jet nose relative to the sample; in (b) the front view, highlighting how the impact area of the jet is greater than the sample.

### Characterization of the Coatings

The characterization of the surface coatings, before and after shot peening, were made by scanning electron microscopy (SEM).

Metallographic preparation for analysis of cross section was made by cutting the samples, followed by inlay, sanding and polishing. Porosity was studied by analysis of SEM-BSE images, converted to 8-bit grayscale, where the pores are regions of dark tones to black, oxides are the midtones and metallic phase are the lighter tones to white. In this technique, cross-section images at 2000x magnification were utilized. Data were collected from the analysis of 8 images for each studied coating.

The microhardness measurements were made in an IT-007 EMCOTEST/Durascam hardness tester before and after shot peening with 300 gf of load and indentation of 15s.

To evaluate the effect of shot peening on the roughness of the HVOF coatings, Mitutoyo, SJ 201 model, with cut-off 0,8x5mm was used in accordance with ISO 4287. Three measurements were made for each experiment before and after shot peening, and the Ra (arithmetical mean roughness) and Ry (maximum height of irregularities) parameters were considered).

In addition a 3D Optical profilometry equipment (Taylor Hobson CCI-Lite) was used to obtain a surface profile before and after shot peening. Average roughness, Sa, peak height roughness, Sp, valley height roughness, Sv, Skewness surface texture that represent the surface height about the mean plane and Sku, Kurtosis surface texture that represent the periodicity of peak and valleys height. All measurements in accordance with ISO25178 standard.

Phase analysis of the coatings was performed in a Diffractometer PANalytical, model EMPYREAN, detector X'Celerator (XRD; Cu-K $\alpha$  radiation, potential 40 kV, current 40 mA) over a 2 $\theta$  range of 35–105°.

Hole drilling method was used to study the effect of the shot peening on the residual stress of the coatings. These measurements permit to verify whether the shot peening will relieve the residual stress. The measurement followed the

ASTM-E837 standard [11]. The acquisition equipment used for reading the potential differences was the QuantumX - HBM, connected to the computer through Ethernet and an app in LabView was created specifically for performing the measurement of deformation. In addition to the acquisition equipment, it was necessary to use a device which allows to read the deformation of the strain gauge, which are complementary Wheatstone Bridge in  $\frac{1}{4}$  configuration, consisting of three pattern resistors and the fourth is the extensometer.

## Results

### Evaluation of the Coatings Morphology

Figure 4 and Fig. 5 shows the SEM images with the morphology of the coatings FeMnCrSi+Ni and FeMnCrSi+B alloys, respectively.

For both coatings, it is observed that there was a change of microstructure throughout its thickness, seen in the images (a) and (b) of Figure 4 and 5, with a significant decrease in porosity and flattening of the upper splats. Although observing a reduction in porosity, particularly for the microstructure of the FeMnCrSi+Ni coating shown in Figure 4, greater deformation of the splats in regions close to the substrate is not observed.

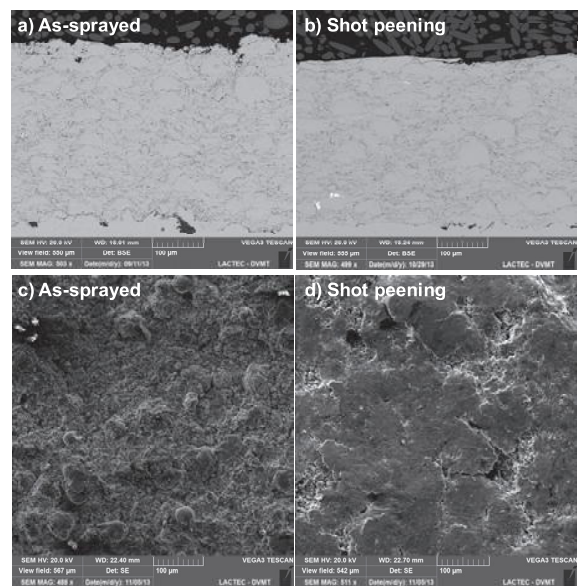


Figure 4: SEM of the FeMnCrSi+Ni HVOF coating. In a) and b) cross-section; c) and d) surface.

This characteristic indicates that the greatest deformation occurs mostly in the upper section of the coating closest to the surface. This behavior is well described in the literature where the formation of a deformed layer and formation of compressive residual stress is observed to a depth of 200 $\mu$ m depending upon the blasting conditions and the material properties [12].



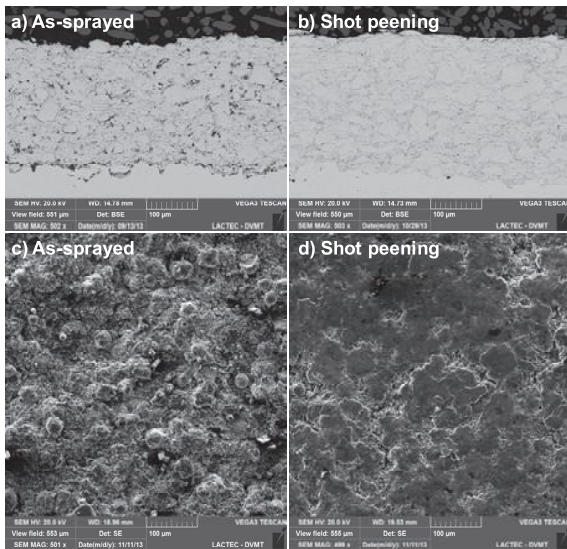


Figure 5: SEM of the FeMnCrSi+B HVOF coating. In a) and b) cross-section; c) and d) surface.

Images (c) and (d) of Figures 4 and 5 show that the deformation of the surface due to the impact of the grit during shot peening reduces the roughness. This effect is best seen from images obtained in 3D optical profilometer, Fig. 6.

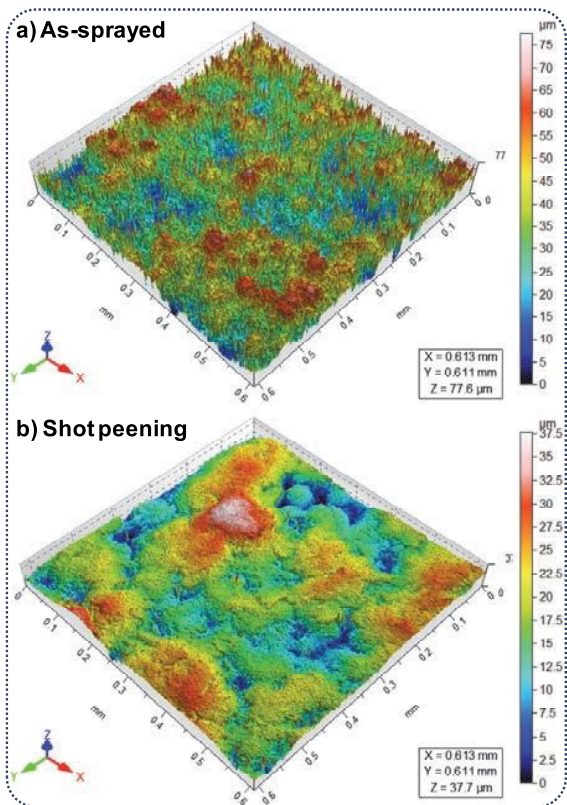


Figure 6: Optical profilometer image of the FeMnCrSi+B HVOF coating. a) as-sprayed b) after shot peening.

It is possible to observe the reduction of higher peaks height after shot peening, mainly due to the deformation of the upper layers as well as the detaching of the splashing droplets with

low adhesion on the surface. Furthermore, it is evident that the shot peening cannot produce a significant deformation of the valleys of the sprayed surface, this is due to the grit size is greater than the width of these valleys.

Figure 7 shows the results of the porosity before and after shot peening. Significant reduction of porosity in the coatings is seen after the shot peening treatment. It is also observed that, prior to the shot peening treatment, the sprayed coatings presented different porosities.

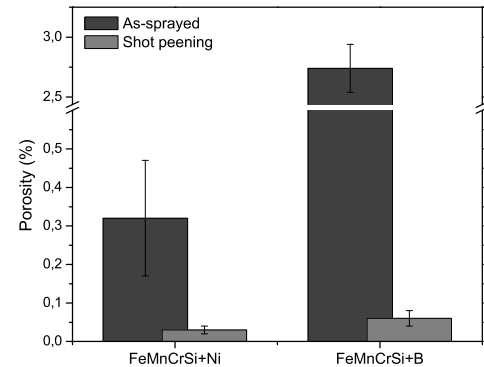


Figure 7: Graph with the percentages of porosity in the coating as-sprayed condition and after shot peening.

The Ni-containing coating showed a low porosity, even for a HVOF sprayed coating, while the boron-containing coating, which was deposited with a process parameter to induce a high content of pores for this deposition process, presented porosity above 2.5 %. The higher porosity of this coating must be due to the lower pressure of the carrier gas, as well as the shorter deposition distance, as observed in the literature [13, 14].

Table 3 presents a comparison of porosity values before and after shot peening, and the percentage reduction of this difference. These data show the peening efficiency in reducing porosity for both coatings.

Table 3: Porosity decrease after shot peening.

Coating	As-sprayed (%)	After Shot peening (%)	Porosity reduction (%)
FeMnCrSi+Ni	0,32	0,03	90,6
FeMnCrSi+B	2,74	0,06	97,8

Figure 8 shows the results of Ra and Ry roughness. As observed in Figures 4 (d) and 5 (d), there was a significant reduction in roughness of the coatings due to plastic deformation of the peaks of the surface irregularities.

It is observed that the FeMnCrSi+Ni coating showed a roughness reduction, Ry 50.3% and Ra 46.8%. As for the coating FeMnCrSi+B roughness reduction was Ry 59.76% and Ra 50.8%.

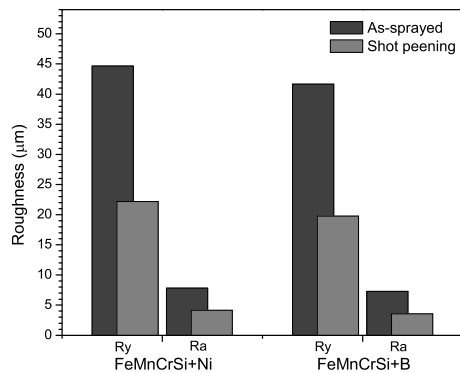


Figure 8: Graph with the results of surface roughness Ra and Ry of the coatings on the as-sprayed condition and after shot peening.

The observed roughness peaks are formed mainly by splashing droplets and unmelted or pre-solidified particles. The roughness is reduced due to deformation of peaks or to the removal of particles with low adhesion.

The 3D roughness profiles observed after the shot peening treatments are similar to those reported by [15], where the roughness generated by shot peening was studied. It was observed an average roughness, Sa, reduction, as well as Sp peaks height. This behavior indicates the deformation of the peaks, maintaining the valleys height, Sv, Fig. 9. Kurtosis parameter, Sku, indicate the presence of inordinately high peaks and deep valleys on the surface texture, before and after shot peening.

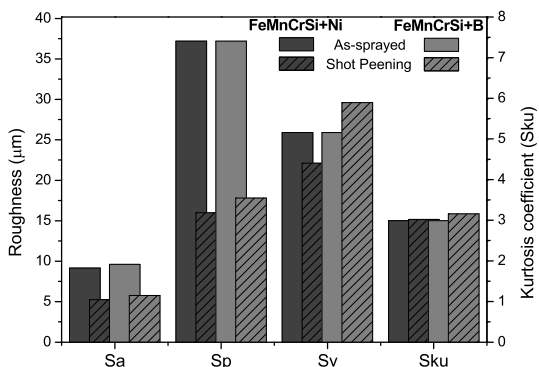


Figure 9: Surface roughness Sa, Sp, Sv and Sku of the coatings on the as-sprayed condition and after shot peening.

Skewness 3D surface roughness parameter indicates the predominance of the peaks in as sprayed coatings. Otherwise after shot peening the predominance of the valleys is observed, Fig. 10.

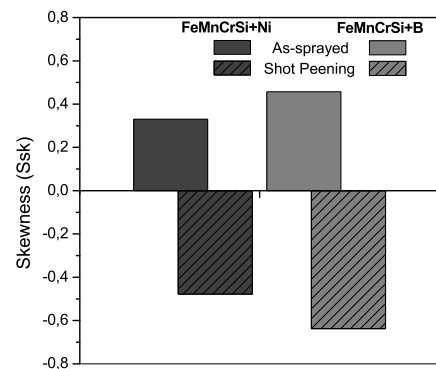


Figure 10: Skewness surface roughness parameter Ssk of the coatings on the as-sprayed condition and after shot peening.

### Hardness Evaluation and Phase Transformations

Figure 11 shows a graph where the mean hardness of the as-sprayed and shot-peened coatings can be compared. An increase of coating hardness is evident after shot peening, which can be attributed to a decrease in porosity, and the strain hardening generated by the deformation of the microstructure. Despite these alloys present low stacking fault energy [16], there were no phase transformations in both cases.

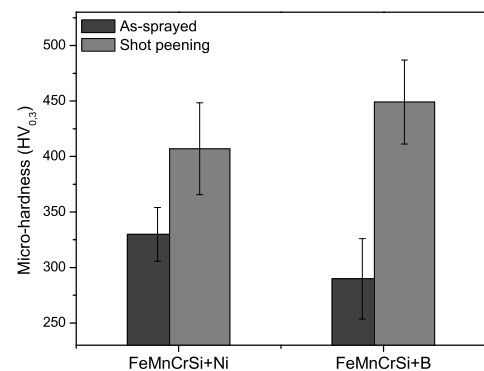


Figure 11: Graph with the results of Vickers microhardness of the coatings in the as-sprayed condition and after shot peening.

Comparing the results from the two alloys it is found that the highest hardness was obtained with the alloy which had greater initial porosity, and therefore, the shot peening generated a greater densification of the coating. In this sense, it should be observed that, despite initially different conditions, the shot peening treatment could end up producing similar properties.

Figure 12 shows the XRD patterns of the two coatings both before and after shot peening. It should be noted that there were no significant changes in the phases present in alloys deposited after shot peening. It is observed by XRD results that the alloy showed FeMnCrSi + Ni austenitic structure with little content of delta ferrite, while FeMnCrSi + B alloy exhibited higher delta ferrite levels [17].

The presence of delta ferrite is due to the high cooling rates both during production of powders by spraying, and during the HVOF deposition. In this sense the increased formation of delta ferrite may be linked to higher ratio  $Cr_{eq}/Ni_{eq}$  [18].

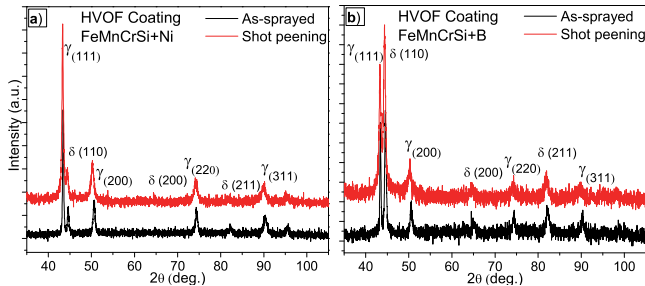


Figure 12: Graph with the results of XRD of the coatings as-sprayed condition and after shot peening. In a) FeMnCrSi+Ni and b) FeMnCrSi+B.

### Residual Stress Measurements

Figure 13 and 14 shows the graphs with the residual stress results of the as-sprayed and shot-peened coatings.

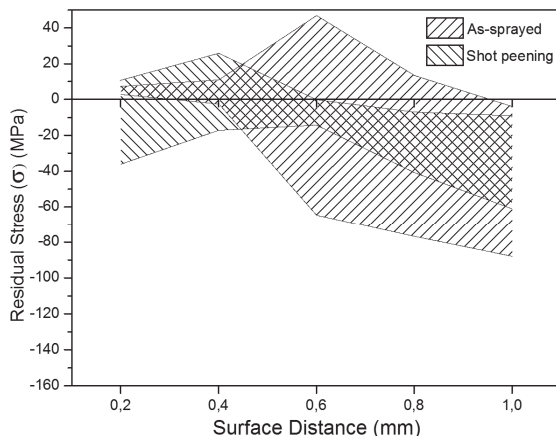


Figure 13: Graph with the results of maximum and minimum residual stress of the FeMnCrSi+Ni coating as-sprayed and after shot peening.

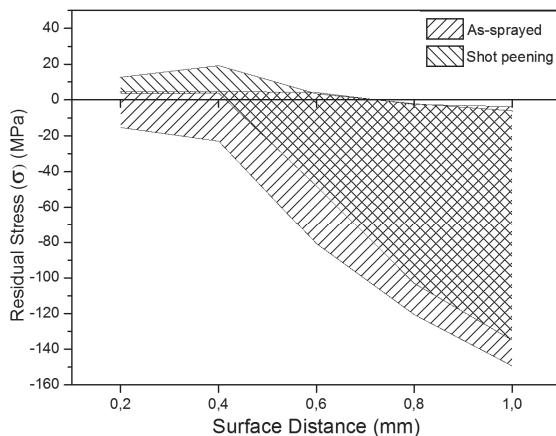


Figure 14: Graph with the results of maximum and minimum residual stress of the FeMnCrSi+B coating as-sprayed and after shot peening.

In a general way the shot peening under the conditions of this study, decreases insignificantly residual stress present in the coating as sprayed condition. These residual stress values are close to those presented by Sampath, et al. (2004), for a Ni5Al coating deposited by HVOF, which was measured residual compressive stress values of up to -200 MPa, as determined by neutron diffraction technique [19].

### Conclusions

The shot peening process has been shown to promote a significant reduction in the porosity of the HVOF coatings and significantly reduce the roughness of the coating, reducing the peaks predominance on the surface texture.

It was also observed an increase in hardness, also associated with the decrease of the porosity and strain hardening of the coating.

### Acknowledgments

The authors would like to thank Copel Geração e Transmissão S.A., that supported this work by an ANEEL Research and Development Program, Institutos Lactec, for the coordination of this researches and free access to its laboratories, Universidade Federal do Paraná for the opportunity to develop this study in its facilities, Revesteel Metalização Ltda, for making the depositions using its HVOF equipment, and Clausthal University, for the production of the powders by atomization techniques.

### References

- [1] J. P. Sauer and P. Sahoo, "HVOF Process Control Using Almen and Temperature Measurement", *Thermal Spray 2001: New Surfaces for a New Millennium*, C.C. Berndt, K.A. Khor, and E.F. Lugscheider, Eds., May 28-30, 2001 (Singapore), ASM International, (2001), pp 791-796
- [2] Higuera, V., et al. "Influence of the Thermal-Spray Procedure on the Properties of a Nickel-Chromium Coating" *Journal of Materials Science*, vol. 37 (2002), pp 649-654.
- [3] Luzin, V., Valarez, A., Sampath, S. "Through-Thickness Residual Stress Measurement in Metal and Ceramic Spray Coatings by Neutron Diffraction" *Materials Science Forum*, Vol. 571-572 (2008), pp 315-320.
- [4] Hou, G., Zhao, X., Zhou, H., Lu, J., An, Y., Chen, J. Yang J. "Cavitation Erosion of Several Oxy-Fuel Sprayed Coatings Tested in Deionized Water and Artificial Seawater." *Wear*, Vol. 311 (2014), pp. 81–92.
- [5] Almen, J., Black, J.P.H., *Residual Stresses and Fatigue in Metals*, McGraw-Hill, (Toronto, 1963), pp. 64-69.
- [6] Cláudio, R. A. *et al.*, "Fatigue Life Prediction of Shot Peened Components". *Ciência & Tecnologia dos Materiais*, Vol. 20, No. 1-2 (2008), p. 99-105.

- [7] Blodgett, M. P., Nagy, P. B., "Eddy Current Assessment of Near-Surface Residual Stress in Shot-Peened Nickel-Base Superalloys". *Journal of Nondestructive Evaluation*, Vol. 23, No. 3 (2004), pp. 107-123.
- [8] Pukasiewicz, A. G. M. "Desenvolvimento de Revestimentos Fe-Mn-Cr-Si-Ni Resistentes à Cavitação Depositados por Aspersão ASP", PhD Thesis (2008), Universidade Federal do Paraná. Curitiba, Brazil.
- [9] Pukasiewicz, A. G. M., de Oliveira, F.R., Capra, A. R., Paredes, R. S. C., "Influência da Refusão por Plasma na Microestrutura de um Revestimento Fe-Mn-Cr-Si Depositado por Aspersão Térmica Arco Elétrico Sobre Aço Inoxidável ASTM A743-CA6NM". *Soldagem e Inspeção*, Vol.17, No. 1 (2012), pp. 65-75.
- [10] Sulzer Metco. "Diamalloy® 1003 Austenitic Stainless Steel". Technical Bulletin No. 10-402, 2000.
- [11] ASTM - American Society for Testing and Materials. "Standard Test Method for Determining Residual Stresses by the Hole-Drilling Strain-Gage Method", ASTM E837. West Conshohocken, PA, 2013.
- [12] Gao, Y., Yao, M., Li, J. "Analysis of Residual Stress Fields Caused by Shot Peening." *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 33A (2002), pp.1775-1778.
- [13] Saaedi, J., Coyle, T.W., Arabi, H., Mirdamadi, S., Mostaghimi, J. "Effects of HVOF Process Parameters on the Properties of Ni-Cr Coatings." *Journal of Thermal Spray Technology*, vol. 19 (2010) No 3, pp.521-530.
- [14] Ruiz-Luna, H., Lozano-Mandujano, D., Alvarado-Orozco, J.M., Valarezo, A., Poblano-Salas, C.A., Trápaga-Martínez, L.G., Espinoza-Beltrán, F.J., Munõz-Saldanã, J. "Effect of HVOF Processing Parameters on the Properties of NiCoCrAlY Coatings by Design of Experiments." *Journal of Thermal Spray Technology*, Vol. 23 (2014) No 6, pp. 950-961.
- [15] Bagherifard, S., Ghelichi, R., Guagliano, M. "Numerical and Experimental Analysis of Surface Roughness Generated by Shotpeening" *Applied Surface Science*, Vol. 258 (2012), pp. 6831-6840.
- [16] Wang, Z., Zhu, J. "Effect of Phase Transformation on Cavitation Erosion Resistance of Some Ferrous Alloys", *Materials Science and Engineering*, vol. 358 (2003), pp.273-278
- [17] Borchers, C., et. al. "High Strain Rate Deformation Microstructures of Stainless Steel 316L by Cold Spraying and Explosive Powder Compaction", *Applied Physics A Materials Science and Processing*, Vol 90 (2008), pp.517-526
- [18] Soleymani, S., Ojo, O. A., Richards, N. "Effect of Composition on the Formation of Delta Ferrite in 304L Austenitic Stainless Steels During Hot Deformation" *Journal of Materials Engineering and Performance*, online, 07 November, 2014.
- [19] Sampath, S., Jiang, X.Y., Matejicek, J., Prchlik, L. Kulkarni, A., Vaidya, A. "Role of Thermal Spray Processing Method on the Microstructure, Residual Stress and Properties of Coatings: An Integrated Study for Ni-5 Wt.%Al Bond Coats" *Materials Science and Engineering A*, Vol 364 (2004), pp. 216-231.

## APÊNDICE V

### Analises estatísticas dos resultados de porosidade e teor de óxidos

A análise de variância (ANOVA) permite identificar a significância de cada processo de deposição em relação diferença das médias para cada resposta, no caso, porosidade e teor de óxidos, obtidos através da análise de imagens.

A Tabela 10 apresenta a ANOVA para os resultados de porosidade sobre o fator Revestimento, comparando os processos FS-pó e HVOF.

Para análise da variância foram definidas e testadas às seguintes hipóteses:

- $H_0$  – Fator “Revestimento” não é significativo;
- $H_1$  – Fator “Revestimento” é significativo;

TABELA 10 – ANÁLISE DE VARIÂNCIA DA POROSIDADE ENTRE OS REVESTIMENTOS FS-PÓ E HVOF, COM NÍVEL DE SIGNIFICÂNCIA DE 95%

Fator	G.L.	Soma de Quadrados	Quadrados Médios	F	Valor-P*
Revestimento	1	0,05048	0,05048	2,76	0,125
Erro Residual	11	0,20135	0,01830		
Total	12	0,25183			

\*Sendo o nível de significância de 95%, para valor-P menor que 0,05 é rejeitada a hipótese  $H_0$ .  
FONTE: O autor (2016).

Segundo análise de variância, o valor-P é maior que 0,05, então aceita-se a hipótese  $H_0$ . Sendo assim, o fator considerado não é significativo para o percentual de porosidade nos revestimento, ou seja, não há diferença significativa entre os valores médios de porosidade entre os revestimentos depositados por FS-pó e HVOF.

A Tabela 11 apresenta a ANOVA para os resultados de teor de óxidos sobre o fator Revestimento, comparando os processos FS-pó e HVOF.

Para análise da variância foram definidas e testadas às seguintes hipóteses:

- $H_0$  – Fator “Revestimento” não é significativo;
- $H_1$  – Fator “Revestimento” é significativo;

TABELA 11 – ANÁLISE DE VARIÂNCIA DO TEOR DE ÓXIDOS ENTRE OS REVESTIMENTOS FS-PÓ E HVOF, COM NÍVEL DE SIGNIFICÂNCIA DE 95%

Fator	G.L.	Soma de Quadrados	Quadrados Médios	F	Valor-P*
Revestimento	1	28,011	28,011	12,35	0,005
Erro Residual	11	24,942	2,267		
Total	12	52,953			

\*Sendo o nível de significância de 95%, para valor-P menor que 0,05 é rejeitada a hipótese  $H_0$ .  
 FONTE: O autor (2016).

Segundo análise de variância, o valor-P é menor que 0,05, então rejeita-se a hipótese  $H_0$ . Sendo assim, o fator considerado é significativo para o teor de óxidos nos revestimento, ou seja, há diferença significativa entre os valores médios de teor de óxidos entre os revestimentos depositados por FS-pó e HVOF.

Também foi realizado o teste de comparação de médias pelo método de Tukey, que permite identificar quais níveis compartilham de médias significativamente iguais. A Tabela 12 apresenta os resultados deste teste para as médias de porosidade, considerando um nível de confiança de 95%.

TABELA 12 - TESTE DE COMPARAÇÃO PELO MÉTODO DE TUKEY PARA PERCENTUAL DE POROSIDADE

Fator	Nível	Média	Agrupamento*
Revestimento	FS+Shot peening	0,7	A
	FS	0,5	A B
	HVOF	0,3	B C
	HVOF+Shot peening	0,2	C

\*Os níveis que não compartilham a letra são significativamente diferentes.

FONTE: O autor (2016).

Neste caso, tem-se que os revestimentos depositados por FS-pó com e sem *shot peening* não apresentam diferença significativa entre seus percentuais de porosidade, pois compartilha a letra “A”, bem como o revestimentos depositados por HVOF, pois compartilha a letra “C”. A comparação entre os dois processos, sem *shot peening*, mostra que também apresentam porosidade sem diferença significativa, no caso, compartilha a letra “B”.

A Tabela 13 apresenta os resultados do teste de Tukey para as médias de teor de óxidos, considerando um nível de confiança de 95%.

TABELA 13 – TESTE DE COMPARAÇÃO PELO MÉTODO DE TUKEY PARA TEOR DE ÓXIDOS

<b>Fator</b>	<b>Nível</b>	<b>Média</b>	<b>Agrupamento*</b>
<b>Revestimento</b>	FS+Shot peening	17,6	A
	FS	17,2	A
	HVOF	14,2	B
	HVOF+Shot peening	13,0	B

\*Os níveis que não compartilham a letra são significativamente diferentes.

FONTE: O autor (2016).

Neste caso, tem-se que os revestimentos depositados por FS-pó não apresentam diferença significativa entre seus percentuais de teor de óxidos, pois compartilha a letra “A”. Bem como os revestimentos depositados por HVOF, pois compartilha a letra “B”. Neste caso, é visto que existe diferença entre FS-pó e HVOF, conforme mostrado pela ANOVA.



## APÊNDICE VI

SUCHARSKI, G. B., ARAUJO, I. B., PUKASIEWICZ, A. G. M., PAREDES, R. C. S. **Mechanisms of cavitation erosion for two different morphologies of thermal spray coatings**. In: Chapter 17 – Structural and Engineering Materials. Anais: European Advanced Materials Congress – EAMC2016, VBRI Press, 2016.

# Mechanisms of cavitation erosion for two different morphologies of thermal spray coatings

Gustavo Bavaresco Sucharski<sup>1\*\*</sup>, Irene Bida de Araujo<sup>1,2</sup>, Anderson Geraldo Marenda Pukasiewicz<sup>3</sup>, Ramón Sigifredo Cortés Paredes<sup>1</sup>

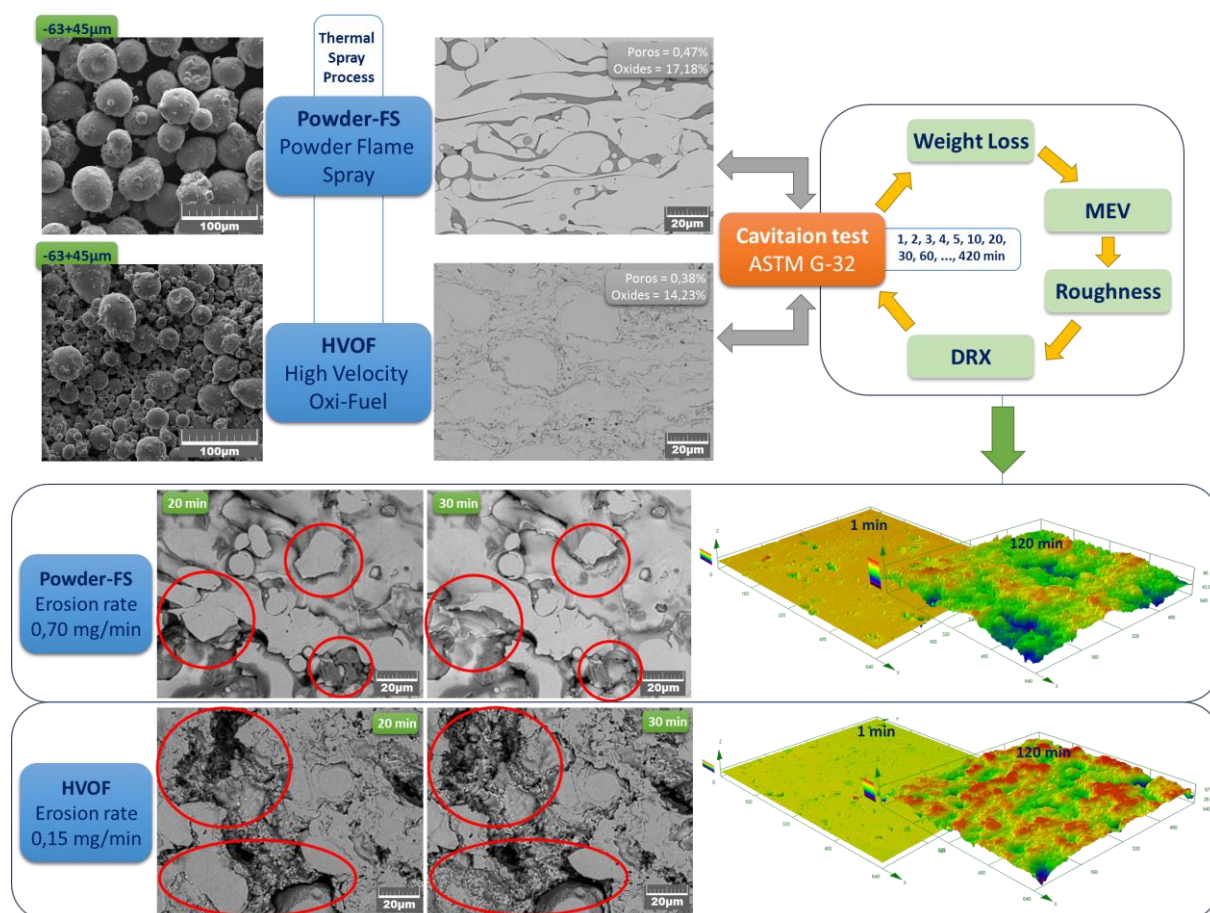
<sup>1</sup>Federal University of Paraná – UFPR, Curitiba, 81531-980, Brazil

<sup>2</sup>Institute of Technology for Development – Lactec, Curitiba, 80210-170, Brazil

<sup>3</sup>Technological Federal University of Paraná – UTFPR, Ponta Grossa, 84016-210, Brazil

\*\*Corresponding author. Tel: (+55) 41 33613693; E-mail: [gustavobavaresco@gmail.com](mailto:gustavobavaresco@gmail.com)

## Table of contents



Experiment designed to study the cavitation erosion mechanisms for two different coatings applied by thermal spray.

## ABSTRACT

Coatings produced from a specific material have different characteristic according to the thermal spraying process. Otherwise, different coatings morphologies, changes some mechanical and chemical properties as well as cavitation erosion behavior, even for the same alloy. The HVOF and Powder-FS thermal spray process can produce coatings with different morphologies. HVOF coating has a dense structure with small amount of pores and voids, refined oxides with good homogeneity distribution

throughout the coating and slightly deformed particles with hemispherical geometry<sup>1,2</sup>. Powder-FS has a lamellar structure with presence of more pores and voids, thicker interlayer oxides and fine particles with elongated and deformed geometry<sup>3,4</sup>. The objective of this work is study the behavior of these coatings, with two different morphologies of same alloy, under accelerated cavitation test. For this purpose, a FeCrMnSiB austenitic alloy was used. This alloy provide good cavitation resistance results when applied by thermal spraying and remelted by plasma welding torch<sup>5</sup>. The accelerated cavitation test was carried out under the indirect method (ASTM G-32). To characterize the beginning of cavitation erosion, the coatings were analyzed every 1 minute of cavitation, until 5 minutes, after this period were analyzed at 10, 20 and 30 minutes, after that the coatings were analyzed after 30 minutes of cavitation tests, up to a total of 7 hours. These characterization tests include: mass loss measurement; roughness analysis by confocal microscopy; erosion morphology by SEM; phase transformations by XRD. The coatings showed little difference in porosity and oxide content. The mean porosity and oxide content for the HVOF was smaller than Powder-FS. The erosion rate for HVOF coating was lower than that for Powder-FS (0,15 and 0,70 mg/min respectively). The roughness values tend to equalize but the HVOF shows a slower increase of roughness. The HVOF coating has a more negative skewness, due to the fact still have regions with the initial surface of the test (polished). SEM analyzes identified the mass loss mechanisms for the two coatings. For HVOF initially showed predominant small particles detachment, because of their low adherence, after that continues detachment in oxides and small particles, evolving to an erosion process that circumvents the larger particles causing them to be exposed and removed. In Powder-FS coatings, showed at the beginning of the tests, predominate detachment oxides, passing to spalling lamellae and possible detachment of entire lamella, exposing new oxides, restarting the process. The XRD analysis showed phase transformation just for HVOF coatings, with 8% increase in the amount of martensite in the microstructure. This does not occur in Powder-FS because the morphology of this structure favors erosion before it occurs phase transformation. This study revealed that the morphology originated by Powder-FS process favors cavitation erosion. This is due to the fact that the cavitation erosion occurs mainly by oxide removing. Therefore, a sprayed coating is less susceptible of cavitation erosion when presenting finer oxides and well distributed throughout the coating.

**Keywords:** cavitation erosion; thermal spray morphology; HVOF; Powder-FS.

#### Acknowledgements

The authors thank the financial support of the COPEL and ANEEL by the project ANEEL PD-6491-0023/2010, the CNPq for the exemption from import duties during the equipment purchase and Institutos Lactec for the support. Universidade Federal do Paraná and LABATS, for the opportunity to develop this studies in its facilities.

#### References

1. A. Valarezo. W. B. Choi. W. Chi. A. Gouldstone. S. Sampath, *Journal of Thermal Spray Technology*, 19(5), 852-865, **2010**.
2. A. Valarezo. S. Sampath, *Journal of Thermal Spray Technology*, 20(6), 1244-1258, **2011**.
3. B. Uyulgan. E. Dokumaci. E. Celik. I. Kayatekin. N.F. Ak Azem. I. Ozdemir. M. Toparli, *Journal of Materials Processing Technology*, 190, 204-210, **2007**.
4. M. A. Bradai. N. Bounar. A. Benabbas. A. Ati, *Journal of Materials Processing Technology*, 200, 410-415, **2008**.
5. A. G. M. Pukasiewicz. P.R.C. Alcover. R. S. C. Paredes, *Journal of Thermal Spray Technology*, 23(1-2), 51-59, **2014**.